

**Röntgenographische Untersuchungen
an aufgedampften Kupferfilmen**

von

Peter Lindner

aus

Nürnberg

1970

1971 # 457

Röntgenographische Untersuchungen an aufgedampften Kupferfilmen

Der Naturwissenschaftlichen Fakultät der
Friedrich-Alexander-Universität Erlangen-Nürnberg

zur

Erlangung des Doktorgrades

vorgelegt

von

Peter Lindner

aus

Nürnberg

Als Dissertation genehmigt von der
Naturwissenschaftlichen Fakultät
der Universität Erlangen-Nürnberg



Tag der mündlichen Prüfung: 11. Dez. 1970

Dekan:	Prof. Dr. W. Jaenicke
Erstberichterstatte:	Prof. Dr. G. Wedler
Zweitberichterstatte:	Prof. Dr. K. Brodersen

Die vorliegende Arbeit wurde in der Zeit von Dezember 1967 bis September 1970 am Institut für Physikalische Chemie II der Universität Erlangen-Nürnberg unter Anleitung von Herrn Prof. Dr. G. Wedler durchgeführt.

Ich danke Herrn Prof. Dr. G. Wedler für die Anregung zu dieser Arbeit, für seine Bemühungen bei der Deutung der Ergebnisse und die freundliche Unterstützung, die er mir in jeder Hinsicht hat zuteil werden lassen.

Inhaltsverzeichnis

	Seite
Literaturverzeichnis	4
1. Einleitung	8
2. Versuchsanordnung	10
2.1. Vakuumpumpstand	10
2.2. Aufdampfzelle	10
2.3. Herstellung der Kupferfilme	13
2.4. Bestimmung der Filmdicke	14
2.5. Röntgenapparatur	14
2.6. Eichpräparat	15
3. Auswertverfahren	19
3.1. Trennung des α -Doublets	19
3.2. Instrumenteller Einfluß auf die Linienform	22
3.2.1. Methode von Alexander	22
3.2.2. Profilsynthese nach Stokes	22
3.3. Fourier-Analyse nach Warren-Averbach	24
4. Untersuchung der Linienverschiebungen	30
4.1. Verformungsstapelfehler	30
4.2. Thermisch-induzierte Spannungen	31
4.3. Eigenschaften von Hostaflon	34
5. Experimentelle Ergebnisse	39
5.1. Vorversuche	39
5.2. Untersuchung der Winkellage und Gitterkonstantenänderung	39
5.3. Untersuchung der Linienbreiten	53
5.4. Auswertung der Fourierkoeffizienten nach Warren-Averbach	66
6. Texturuntersuchungen	84
6.1. Auswertung nach Linienintensitäten	84
6.2. Untersuchungen im Texturanalysator	86
6.2.1. Texturprofile des (111)-Reflexes	89
6.2.2. Texturprofile des (200)-Reflexes	91
6.2.3. Abhängigkeit der Textur von den Herstellungsbedingungen	98

	Seite
7. Zusammenfassung	102
Anhang	104
Computerprogramm zur Auswertung der Beugungs- reflexe	108

Literaturverzeichnis

- (1) R. Suhrmann
Z. Elektrochem., Ber. Bunsenges. physikal. Chem.
60, 838 (1956)
- (2) G. Wedler und M. Fouad
Z. physikal. Chem. NF 40, 1 (1964)
- (3) G. Wedler und F.J. Bröcker
Disc. Faraday Soc. 41, 87 (1966)
- (4) R. Suhrmann, H.J. Busse und G. Wedler
Z. physikal. Chem. NF 47, 1 (1965)
- (5) R. Suhrmann, G. Krüger und G. Wedler
Z. physikal. Chem. NF 30, 1 (1961)
- (6) R. Suhrmann, D. Kern und G. Wedler
Z. physikal. Chem. NF 36, 165 (1963)
- (7) H. Wenzel
Dissertation, Hannover 1968
- (8) H. Reichenberger
Dissertation, Erlangen 1970
- (9) F.J. Bröcker und G. Wedler
Disc. Faraday Soc. 41, 87 (1966)
- (10) G. Fisch
Dissertation, Erlangen 1970
- (11) R.W. Vook und F. Witt
in: Grundprobleme der Physik dünner Schichten
Proc. Intern. Symposium Clausthal - Göttingen
1965, S. 188
- (12) T.B. Light und C.N.J. Wagner
J. Vac. Sci. Technol. 3, 1 (1966)
- (13) R.W. Vook und F. Witt
J. Vac. Sci. Technol. 2, 243 (1965)
- (14) G. Wedler und P. Wißmann
Thin Solid Films 2, 391 (1968)
- (15) G. Wedler und P. Wißmann
Z. Naturforsch. 23a, 1537 (1968)
- (16) G. Wedler und P. Wißmann
Z. Naturforsch. 23a, 1544 (1968)

- (17) R.W. Vook, F.R.L. Schoening und F. Witt
Proceedings of the Conference on Single Crystal
Films, Pergamon Press New York 1963, S. 69
- (18) R.W. Vook und F. Witt
J. Vac. Sci. Technol. 2, 49 (1965)
- (19) H.D. Keith
Proc. Phys. Soc. B 69, 180 (1956)
- (20) A. Segmüller
Z. Metallk. 54, 247 (1963)
- (21) K. Sagel
Tabellen zur Röntgenstrukturanalyse, Berlin,
Göttingen, Heidelberg (1958)
- (22) F.D. Snell und C.T. Snell
Calorimetric Methods of Analysis, Bd. II,
New York 1949
- (23) H.S. Peiser, H.P. Rooksby und A.I.C. Wilson
X-Ray Diffraction by Polycrystalline Materials,
The Institute of Physics, London 1955, S. 392
- (24) I.W.M. Du Mont und H.A. Kirkpatrick
Phys. Rev. 37, 136 (1931)
- (25) H. Neff
Grundlagen und Anwendungen der Röntgen-Fein-
strukturanalyse, München 1962
- (26) F.W. Jones
Proc. Roy. Soc. (London) 166, 16 (1938)
- (27) L. Alexander
J. Appl. Phys. 25, 155 (1954)
- (28) A.R. Stokes
Proc. Phys. Soc. (London) 61, 382 (1948)
- (29) B.W. Warren und B.L. Averbach
J. Appl. Phys. 21, 595 (1950)
- (30) B.E. Warren
Progress in Metall Physics 8, 147 (1959)
- (31) F. Bertault
C.R. Acad. Sci. (Paris) 228, 187 (1949)
- (32) P. Klimanek
Freiberger Forschungshefte B, 33 (1968)

- (33) M.S. Paterson
J. Appl. Phys. 23, 808 (1952)
- (34) C.N.J. Wagner, A.S. Tetelmann und H.M. Otte
J. Appl. Phys. 33, 3080 (1962)
- (35) R.W. Vook und F. Witt
J. Appl. Phys. 36, 2169 (1965)
- (36) P. Kohlrausch
Praktische Physik, Bd. II, 679 (1962)
- (37) Kunststoffe Hoechst
Hostafilon TF (Firmenbroschüre)
- (38) R. Suhrmann, G. Wedler, H.G. Wilke und G. Reussmann
Z. Physik. Chem. NF 26, 85 (1960)
- (39) P. Wißmann
Dissertation, Hannover 1967
- (40) M. Mc Keehan und B.E. Warren
J. Appl. Phys. 24, 52 (1953)
- (41) B.E. Warren und E.P. Warekois
Acta met. 3, 473 (1955)
- (42) J.B. Cohen und C.N.J. Wagner
J. Appl. Phys. 33, 2073 (1962)
- (43) C.S. Smith und E.E. Stickley
Phys. Rev. 64, 191 (1943)
- (44) A. Seegmüller
Z. Metallk. 54, 247 (1963)
- (45) C.N.I. Wagner
Acta met. 5, 427 (1957)
- (46) H. Mayer
Physik dünner Schichten Bd. II, Stuttgart 1955,
S. 106
- (47) H.G. Wilke
Diplomarbeit, Hannover 1960
- (48) R.W. Vook und F. Witt
in: Grundprobleme der Physik dünner Schichten
Proc. Intern. Symposium Clausthal - Göttingen
1965, S. 188
- (49) E. Bauer
in: Proc. Conf. Single Crystal Films, New York
1964, S. 43

- (50) L.S. Palatnik
in: Grundprobleme der Physik dünner Schichten
Proc. Intern. Symposium Clausthal - Göttingen
1965, S. 92
- (51) L. Reimer und K. Fröking
Z. Physik 184, 119 (1965)
- (52) R. Bouwman
Dissertation, Leiden 1970

1. Einleitung

Für die Untersuchung der Primärschritte bei katalytischen Reaktionen sind vielfach Messungen an dünnen Aufdampffilmen durchgeführt worden, so zum Beispiel Messungen des elektrischen Widerstandes (1,2,3,4), des Elektronenaustrittspotentials (4,5,6), der Thermokraft (7,8) und Bestimmungen der Adsorptionswärmen (9,10). Für die Deutung der dabei gewonnenen Meßergebnisse ist die Kenntnis der Struktur der Filme in Abhängigkeit von deren Herstellungsparametern notwendig und sehr nützlich.

Die Struktur der Filme, insbesondere ihrer Oberfläche, kann durch elektronenmikroskopische Untersuchungen und mit Hilfe der Beugung langsamer Elektronen (LEED) bestimmt werden. Röntgenographische Untersuchungen haben den Vorteil, daß die Filme in situ vermessen werden können, d.h. ohne daß sie von der Unterlage abgelöst werden müssen. Solche Messungen liegen bereits an Ag (11,12), Au (13), Ni (14,15,16) und Cu (17,18,19,20) vor, doch findet man in den meisten dieser Arbeiten nur wenige und teilweise widersprüchliche Angaben über die Herstellungsbedingungen der Filme und fast keine Angaben über die Schichtdickenabhängigkeit der Struktur sowie den Einfluß der Unterlage auf die Struktur.

Die umfangreichsten und systematischsten Untersuchungen sind am Nickel durchgeführt worden (14-16). Deshalb war eines der Ziele dieser Arbeit, die Messungen auf das dem Nickel im Periodensystem folgende Kupfer auszudehnen, das den fast gleichen kristallinen Aufbau (kubisch-flächenzentriert, Gitterkonstanten $d_{Ni} = 3,5235$ und $d_{Cu} = 3,6149 \text{ \AA}$ (21)) besitzt, sich aber in der Elektronenstruktur und dem Schmelzpunkt ($T_{Schm,Ni} = 1453^{\circ}\text{C}$, $T_{Schm,Cu} = 1083^{\circ}\text{C}$) vom Nickel deutlich unterscheidet.

Es wurden im Ultrahochvakuum aufgedampfte Kupferfilme auf ihre Gitterstruktur und auf ihr Texturverhalten hin untersucht und der Einfluß der Schichtdicke und der Unter-

lage auf diese Eigenschaften studiert.

Zur Klärung des Unterlageneinflusses dienten Messungen an zwei Systemen:

1. Kupfer auf Tempaxglas

Messungen an diesem System sollten einen direkten Vergleich zu vorliegenden Untersuchungen am System Nickel-Tempaxglas ermöglichen.

2. Kupfer auf Hostaflon (hostaflonbeschichtete Glasplatten)

Dieses System sollte den Einfluß der Unterschiede im thermischen Ausdehnungsverhalten von Film und Unterlage auf die Gitterparameter und die Textur klären.

2. Versuchsanordnung

2.1. Vakuumpumpstand

In Abb. 1 ist die für die Untersuchungen verwendete UHV-Apparatur schematisch dargestellt. Es handelt sich dabei um einen handelsüblichen Trockenpumpstand mit einer edelgasstabilen Getterpumpe und einer Titanverdampferpumpe (Fa. Varian). Der Hochvakuumteil ist ausheizbar. Der Meßteil wurde bis etwa 250°C, die übrigen Teile etwa bei 350°C ausgeheizt. Die relativ niedrige Ausheiztemperatur war wegen des hohen Dampfdrucks des Hostaflons bei Temperaturen über 300°C (s.u.) erforderlich. Der Druck wurde mit einem Ionisationsmanometer mit einer Röhre nach Bayard-Alpert gemessen. Der erreichbare Enddruck lag unter diesen Umständen bei $1 - 2 \cdot 10^{-9}$ Torr.

2.2. Aufdampfzelle

Abb. 2 zeigt die verwendete Aufdampfzelle. Sie besteht aus etwa 3 mm starkem Duranglas und besitzt ein Volumen von etwa 1 Ltr. Eine zweipolige Wolframglaseinschmelzung Q hält die angepunktete Wolframwendel W (8 mm lang, 9 Windungen, 2-3 mm Durchmesser) genau im Mittelpunkt der Zelle, damit beim Aufdampfen eine gleichmäßige Filmdicke erzielt wird. Zwischen den Windungen der Wolframwendel ist spektralreines Kupfer (Fa. Johnson Matthey & Co., London) aufgeschmolzen. Zwei an die Wand aufgeschmolzene und einander gegenüberliegende, ringförmige Platinfolien Pt von 0,05 mm Stärke, 10 mm Außendurchmesser und 4 mm Innendurchmesser dienen als Kontakte zur Widerstandsmessung. Je 2 Platindrähte verbinden die Folien mit den zweipoligen Quetschfüßen Q_1 und Q_2 , die zur Widerstandsmessung an eine Einknopfmeßbrücke angeschlossen werden. Die Widerstandsmessungen dienten zur näherungsweisen Ermittlung der Schichtdicke.

Den eigentlichen Filmträger bildete eine Tempaxglasplatte mit 30 mm Ø und 1 mm Dicke beim System Kupfer auf Tempaxglas. Beim System Kupfer/Hostaflon war eine derartige

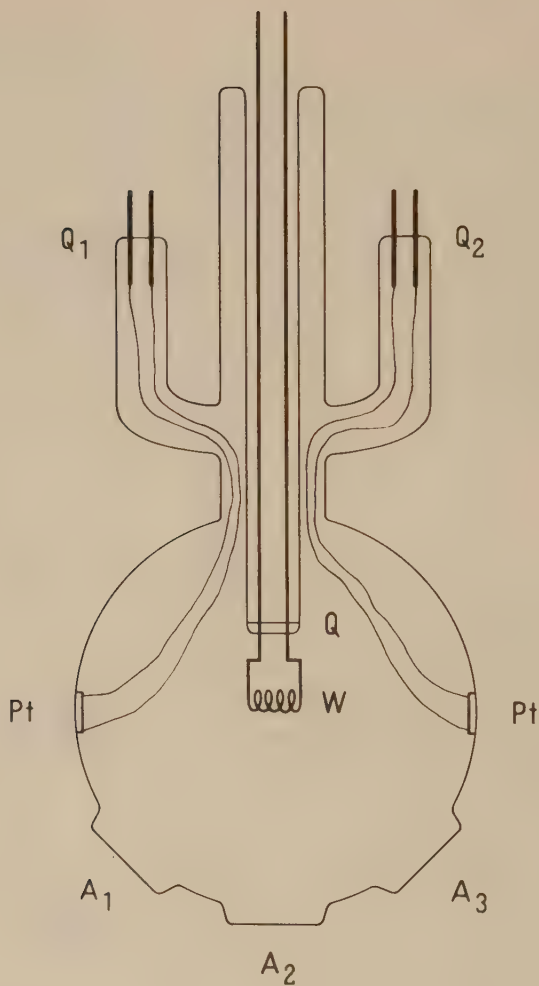


Abb. 2 Aufdampfzelle

Q, Q₁, Q₂ = Quetschfüße

W = Wolframwendel

A₁, A₂, A₃ = Zellenfenster

Pt = Platinringfolien

Tempaxglasplatte mit einer etwa 80 μ dicken Hostaflon-schicht beschichtet. Die Platten lagen in einem der Fenster A_1 , A_2 , A_3 plan auf. Dadurch wurde ein guter Wärme-kontakt mit den Zellenfenstern ermöglicht. Der Abstand Wendel-Trägerplatte betrug 50 mm.

2.3. Herstellung der Kupferfilme

Zunächst wurde die Meßzelle an einen Metall-Glas-Übergang der Vakuumapparatur angeschmolzen. Dann wurden die Trägerplatten in die Meßzellenfenster gelegt, und zwar jeweils eine hostaflonbeschichtete und zwei unbeschichtete Glasplatten oder umgekehrt, um identische Aufdampfbedingungen für beide Systeme zu erreichen. Schließlich erfolgte das Einsetzen der Aufdampfwendelhalterung, an die zuvor die Wolframwendel mit dem aufgeschmolzenen, spektralreinen Kupfer angepunktet worden war. Die Wolframwendel war vorher im Vakuum ausgeglüht und entgast worden. Sie diente so häufig wie möglich für aufeinanderfolgende Aufdampfungen.

Die Trägerplatten und die Meßzelle waren mit Chromschwefelsäure und destilliertem Wasser gründlich gereinigt und im Trockenschrank bei etwa 100°C mehrere Stunden vortrocknet worden. Es zeigte sich, daß diese Vorbehandlung ausreichte, um homogene, fest auf der Unterlage haftende Filme herzustellen. Es wurde bei keinem der Versuche ein Ablösen der Filme von der Unterlage beobachtet.

Nach Einkühlen der Kryo-Vorvakuumpumpe VP (in Abb. 1) und Einschalten der Titanverdampfer- und der Getterpumpe (P_1 und P_2) wurde nach etwa 30 Minuten ein Druck von etwa $5 \cdot 10^{-6}$ Torr erreicht. Nach etwa 40stündigem Ausheizen des UHV-Teils, der Zelle und der IM-Röhre betrug der Enddruck bei heißer Apparatur etwa $5 \cdot 10^{-7}$ Torr. Dabei wurde die Aufdampfwendel mehrmals bis dicht unter den Schmelzpunkt des Kupfers hochgeheizt und die heiße IM-Röhre durch Elektronenbombardement entgast.

Nach dem Erreichen des Enddruckes bei heißer Apparatur wurde die Heizung abgeschaltet und bei glühender Auf-

dampfwendel auf Zimmertemperatur abgekühlt. Der Druck sank dabei auf $1 \cdot 10^{-8}$ bis $1 \cdot 10^{-9}$ Torr. Anschließend wurde die gesamte Aufdampfzelle mit flüssigem Stickstoff eingekühlt und der Kupferfilm aufgedampft. Dabei stieg der Druck in der Zelle im allgemeinen auf $8 \cdot 10^{-8}$ Torr, nie jedoch über $4 \cdot 10^{-7}$ Torr.

Da das Kupfer bereits vor dem merklichen Verdampfen schmilzt - und deshalb aus einer Wolframwendel aufgedampft werden muß -, läßt sich die Aufdampfgeschwindigkeit durch Steuerung der elektrischen Heizleistung nicht konstant halten, zumal sich die Zahl der durch das geschmolzene Kupfer kurzgeschlossenen Windungen während des Aufdampfens plötzlich ändert. Mit einem Netzgerät wurde zwar der Strom konstant gehalten und nach oben begrenzt, dennoch streuen die Werte für die Aufdampfgeschwindigkeit zwischen 13 und 70 Å/min. Nach dem Aufdampfen wurden die Filme entweder bei Zimmertemperatur oder bei 250°C zwei Stunden lang getempert. Dann wurde die Aufdampfzelle bei Zimmertemperatur mit Stickstoff belüftet, und die bedampften Trägerplatten wurden an der Atmosphäre in der Röntgenapparatur vermessen.

2.4. Bestimmung der Filmdicke

Während des Aufdampfens wurde die Schichtdicke des Films durch Widerstandsmessung mit Hilfe einer Meßbrücke abgeschätzt. Die exakte Dickenbestimmung erfolgte nach dem Versuch durch Ermittlung der auf den Träger aufgedampften Kupfermenge nach einem photometrischen Verfahren nach Snell und Snell (22). Unter Berücksichtigung der Oberfläche des Filmträgers sowie der Dichte des Kupfers erfolgte dann die Berechnung der mittleren Schichtdicke des Films.

2.5. Röntgenapparatur

Zur röntgenographischen Untersuchung der Filme diente eine kommerzielle Röntgenbeugungsanlage (Fa. C.H.F. Müller, Hamburg, Type 111). Die Röntgenstrahlung wurde mit einem Gleichspannungs-Feinstruktur-Röntgenapparat erzeugt. Für

die Beugungsversuche wurde die $K\alpha$ -Strahlung einer Kobalt-feinstrukturrohre verwendet. Die Abmessungen des Strichbrennfleckes der Röhre betrugen $0,4 \times 8$ mm. Die gleichzeitig erzeugte $K\beta$ -Strahlung wurde durch ein Eisenfilter hinreichend geschwächt. Die Spannung an der Kobaltröhre betrug 30 KV, der Strom 10 mA. Die gebeugte Röntgenstrahlung wurde mit einem Proportionalzählrohr und nachfolgendem Impulshöhenanalysator registriert. Die Beugungsreflexe konnten mittels eines Großwinkel-Goniometers wahlweise entweder kontinuierlich mit anschließender Registrierung auf einem Schreiber oder - bei Verwendung eines automatischen Schrittschaltwerkes und angeschlossener Druckereinheit - punktweise vermessen werden. Letztere Methode hat den Vorteil, daß jeder Meßpunkt mit der gleichen statistischen Genauigkeit vermessen werden konnte.

Die Filmträger wurden so justiert, daß für die Filmoberfläche die Bragg-Brentanosche Fokussierungsbedingung erfüllt war. Abb. 3 zeigt den Strahlengang.

Für die durchgeführten Texturmessungen standen ein zweites Großwinkel-Goniometer (Fa. Philips, Type PW 1050 und PW 1075) mit einem Einsatz für Texturuntersuchungen und ein zweites Proportionalzählrohr zur Verfügung. Da das Röntgenröhrengehäuse 4 Öffnungen besitzt, konnten beide Goniometer vor verschiedenen Strahlenfenstern justiert werden. Dadurch konnte jeder Film unmittelbar nacheinander im Beugungs- und im Textur-Goniometer vermessen werden, ohne daß zusätzliche Justierungen vorgenommen werden mußten.

2.6. Eichpräparat

Die Überprüfung der Justierung auf systematische Fehler erfolgte mit Hilfe eines Eichpräparates. Dazu wurde ein Kupferblock mit den Abmessungen $20 \times 40 \times 6$ mm in der Präparathalterung des Goniometers durchgemessen. Dieser Kupferblock war zuvor in einem auf $3 \cdot 10^{-8}$ Torr evakuierten Duranglasszylinder bei 500°C zehn Stunden lang getempert worden.

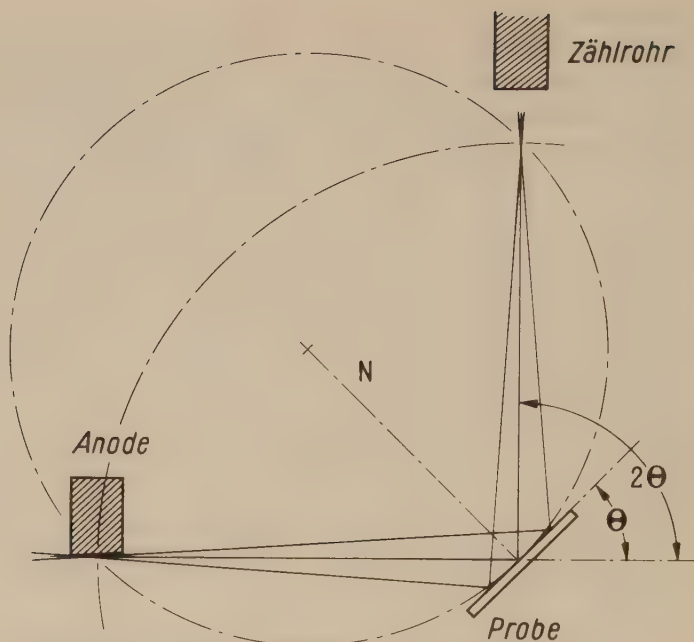


Abb. 3 Justierungsanordnung nach Bragg-Brentano

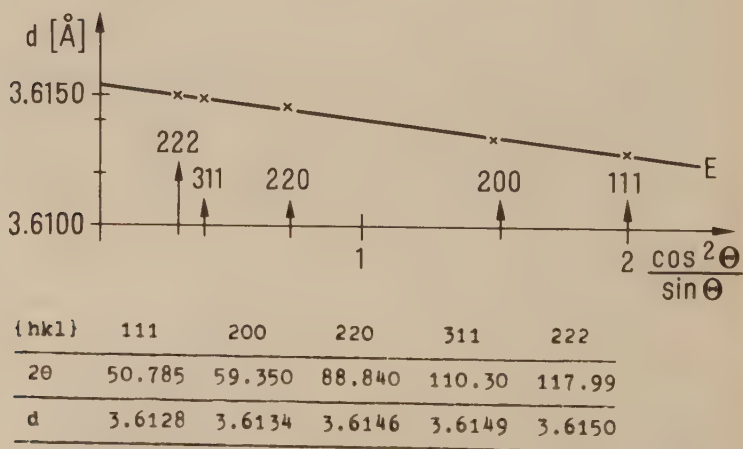


Abb. 4 Gitterkonstanten des Eichpräparates in Abhängigkeit von $\cos^2\theta/\sin\theta$ und 2θ

Die Gitterkonstante läßt sich nach der für kubische Kristallsysteme geltenden Bragg-Beziehung berechnen:

$$d = \frac{\lambda}{2} \frac{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}{\sin \theta} \quad (1)$$

d = Gitterkonstante

λ = Wellenlänge der Röntgenstrahlung

h, k, l = Millersche Indizes

θ = Winkellage des Reflexes

Da der $K\alpha_1$ - und $K\alpha_2$ -Reflex beim Eichpräparat hinreichend aufgelöst sind, lassen sich die beiden Reflexe nach dem Verfahren von Du Mont u. Kirkpatrick (24) bequem trennen.

Die Winkellagen der extrem schmalen Beugungsreflexe des getemperten Kupferblocks konnten durch systematische Fehler verfälscht worden sein. Die dadurch verursachte Änderung der Gitterkonstanten d läßt sich nach Neff (25) für ein hinreichend dickes Präparat berechnen:

$$\frac{\Delta d}{d} = \frac{\epsilon \operatorname{ctg}^2 \theta}{3} + \frac{\cos^2 \theta}{4\mu R} - \frac{\delta^2 \operatorname{ctg} 2\theta \cdot \operatorname{ctg} \theta}{48} + \frac{S}{R} \frac{\cos^2 \theta}{\sin \theta} \quad (2)$$

ϵ = halber Öffnungswinkel des einfallenden Strahlenbündels

μ = Absorptionskoeffizient

R = Meßkreisradius

δ = Gesamthöhendivergenz des Strahlenganges

S = Abweichung vom Sollkreiszentrum

Dabei berücksichtigen die vier Summanden der Reihe nach den Einfluß des ebenen Präparates, der Absorption durch das Präparat, der Vertikaldivergenz der Röntgenstrahlen und einer exzentrischen Präparatanordnung.

Im allgemeinen überwiegt der Einfluß der exzentrischen Präparatanordnung und es ergibt sich ein linearer Zusammenhang zwischen der Änderung der Gitterkonstanten und dem Quotienten $\frac{\cos^2 \theta}{\sin \theta}$ (23). Der Einfluß des ebenen Präparats, der Probenabsorption sowie der Vertikaldivergenz auf die Gitterkonstante ist demnach gering.

Das Ergebnis für das verwendete Eichpräparat zeigt Abb. 4.

Eine Extrapolation auf den Wert $\frac{\cos^2 \theta}{\sin \theta} = 0$ ergibt für die Gitterkonstante den Wert $d = 3,6154 \text{ \AA}$, der in guter Übereinstimmung mit dem Literaturwert $d = 3,6149 \text{ \AA}$ steht (21).

Die vorhandenen geringfügigen Abweichungen von der Linearität können neben Justierfehlern auch Stapelfehlern oder Gitterverzerrungen, die trotz der Temperaturvorbehandlung der Eichprobe noch vorhanden sind, zugeordnet werden.

Die Anzahl der Reflexe, die vermessen werden konnten, war auf 5 beschränkt. Die Gründe dafür sind die Gitterkonstante des Kupfers und die verwendete Röntgenwellenlänge. Um die störende Fluoreszenzstrahlung des Kupfers zu vermeiden, muß man eine Röntgenröhre mit Kobaltanode verwenden. Die Wellenlänge der Kobalt- $K\alpha_1$ -Komponente beträgt $1,78892 \text{ \AA}$ (25). Damit und durch die Geometrie der Apparatur begrenzt man die zu vermessenden Reflexe auf den (111)-, (200)-, (220)-, (311) und (222)-Reflex.

3. Auswertverfahren

Bevor auf die Meßergebnisse eingegangen wird, soll eine kurze Diskussion der auf ihre Brauchbarkeit hin untersuchten und der angewandten Auswertverfahren vorgenommen werden.

Allen Auswertverfahren ist gemeinsam, daß sie für zwei systematische Fehler Korrekturen berücksichtigen müssen. Der eine dieser Fehler rührt von der nicht exakten Monochromasie der Röntgenstrahlung (K α -Doublett), der andere von den Auswirkungen der instrumentellen Gegebenheiten her. Beide beeinflussen die Intensitätsverteilung des Röntgenreflexes und damit dessen Winkellage, Linienbreite, Intensität und Linienform.

Der instrumentelle Einfluß ist im wesentlichen zurückzuführen auf eine technisch bedingte Abweichung von der idealen geometrischen Anordnung. Ein Auswertverfahren ist nur dann brauchbar, wenn es gestattet, die systematischen Fehler zu eliminieren und so die eigentliche, physikalisch aussagekräftige Linienform der Reflexe zu bestimmen.

Die Probe selbst beeinflusst die obengenannten vier Größen durch Gitterverzerrungen, Stapelfehler, Texturen und durch ihre Kristallitgröße.

3.1. Trennung des α -Doubletts

Der Einfluß des K α -Doubletts auf das Linienprofil läßt sich auf drei Weisen berücksichtigen:

1. Ist die Überlagerung des K α -Doubletts so stark, daß man die einzelnen Linien nicht mehr erkennen kann, so kann man die Linienbreite B des durch die α_1 -Komponente der K α -Strahlung hervorgerufenen Reflexes aus der gemessenen Linienbreite B_0 des Gesamtreflexes nach einem Verfahren von Jones (26) berechnen.

2. Die K α -Doublettüberlagerung kann aber auch nach der Methode von Du Mont-Kirkpatrick (24) getrennt werden. Dabei wird angenommen, daß die einzelnen sich überlagernden

Reflexe die gleiche Linienform haben. Ist δ der Abstand der Maxima des Ka_1 - und Ka_2 -Reflexes und $k \equiv \frac{I_2}{I_1}$ das Verhältnis der Höhen I dieser Maxima (in diesem Fall ist $k = 1/2$), so ist die Summe der Ordinatenwerte dieser beiden Reflexe $f(x) + k \cdot f(x-\delta)$ gleich dem Ordinatenwert der zusammengesetzten, überlagerten Kurve $F(x)$.

Das heißt es gilt

$$F(x) = f(x) + k \cdot f(x-\delta) \quad (3a)$$

Eine Reihenentwicklung gibt:

$$f(x) = F(x) - k \cdot F(x-\delta) + k^2 \cdot F(x-2\delta) - k^3 \cdot F(x-3\delta) + \dots \quad (3b)$$

Damit ist es möglich, die gemessene Überlagerung $F(x)$ in die beiden einzelnen Reflexe aufzuteilen und die Linienbreite B des durch die a_1 -Komponente hervorgerufenen Reflexes zu ermitteln.

3. Eine Trennung der Ka-Komponenten kann unter den gleichen Voraussetzungen auch dadurch erfolgen, daß man den analytischen Ausdruck für die Profilformen der beiden Komponenten als bekannt voraussetzt. Die Profilform läßt sich zum Beispiel als Cauchy-Funktion oder als Gauß-Funktion darstellen.

$$f(x) = \frac{1}{1+K^2 x^2} \quad (\text{Cauchy}) \quad (4a)$$

$$f(x) = e^{-K^2 x^2} \quad (\text{Gauß}) \quad (4b)$$

$$f(x) = \frac{1}{(1+K^2 x^2)^2} \quad (4c)$$

Der unterschiedliche Verlauf der beiden Profile ist aus Abb. 5 ersichtlich. Mit einem least-square-fit läßt sich das gemessene Profil mit einer Überlagerung solcher Funktionen in die beiden Komponenten trennen. Darauf wird im Anhang bei der Beschreibung der für die Auswertung erstellten und benutzten Rechenprogramme näher eingegangen.

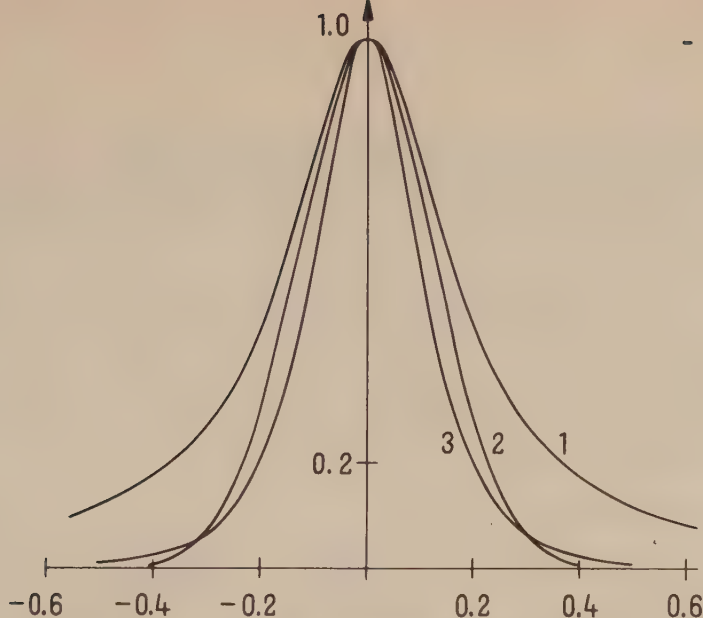


Abb. 5 Darstellung der Näherungsfunktionen für $K = 5,5$
 1: Cauchyprofil $(1+K^2x^2)^{-1}$, 2: $(1+K^2x^2)^{-2}$
 3: Gaußprofil $\exp(-K^2x^2)$

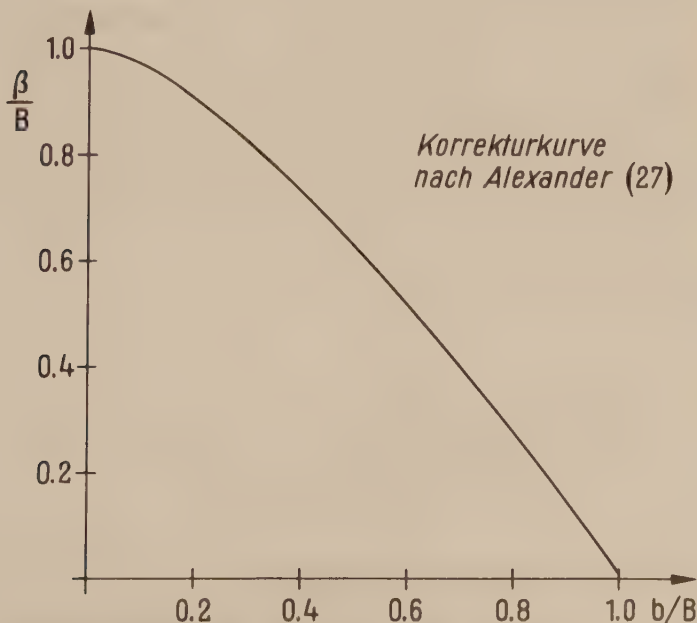


Abb. 6 Korrekturkurve zur Berechnung der physikalischen Linienbreite β aus der Linienbreite B und der instrumentellen Linienbreite b

3.2. Instrumenteller Einfluß auf die Linienform

Die Abtrennung des Einflusses der instrumentell bedingten Fehler auf das Reflexprofil kann auf zwei Arten erfolgen.

Beide Verfahren gehen von der Überlegung aus, daß das Linienprofil einer idealen Eichprobe, d.h. einer Probe, die keine Gitterverzerrungen oder Stapelfehler enthält und aus Kristalliten von einer Größe $> 10^{-4}$ mm aufgebaut ist, nur von instrumentellen Einflüssen bestimmt wird.

3.2.1. Methode von Alexander

Bestimmt man die instrumentelle Linienbreite b des Eichpräparats, so läßt sich dann aus der von Alexander (27) angegebenen und in Abb. 6 dargestellten Abhängigkeit δ/B von b/B (B = Linienbreite der $K\alpha_1$ -Komponente des gemessenen Beugungsreflexes) die gesuchte physikalische Linienbreite δ berechnen.

Alexander benutzt bei seinen Verfahren zur Ermittlung der physikalischen Linienbreite ein Cauchy-Profil $y = \frac{1}{1+K^2 x^2}$ und bleibt dadurch nicht ohne willkürliche Annahme. Dennoch liefert dieses Verfahren befriedigende Werte für die Gitterkonstanten und unter der zusätzlichen Annahme, daß Gitterverzerrungen und Stapelfehler nur einen vernachlässigbaren Einfluß haben, mit Hilfe der Scherrer-Gleichung (5) gute Ergebnisse für die Kristallitgrößen. Die Scherrer-sche Beziehung (25) lautet:

$$D = \frac{K \cdot \lambda}{\delta \cdot \cos \theta} \quad (5)$$

D = Kristallitgröße

K = Scherrer-Konstante

λ = Wellenlänge der Röntgenstrahlung

δ = physikalische Linienbreite

3.2.2. Profilsynthese nach Stokes

Die zweite Methode bemüht sich um eine strenge Unter-

suchung der Einflüsse von instrumenteller und physikalischer Verfälschung der Linienform, und zwar unter Berücksichtigung des gesamten Verlaufs des Linienprofils.

Es sei

$h(x)$ Meßprofil, Überlagerung von instrumentellen Einflüssen und Einflüssen durch die Probe selbst (einschl. Ka-Doublett).

$g(x)$ Profil des Eichpräparats.
Die Verbreiterung wird allein durch instrumentelle Einflüsse verursacht. Linienprofil einer ungestörten Probe.

Nicht direkt meßbar, aber gesucht ist:

$f(x)$ physikalisches Linienprofil.
Intensitätsverteilung an der Probe unter idealen Bedingungen gemessen, das heißt ohne instrumentelle Einflüsse.

Nach Jones (26) besteht folgender Zusammenhang zwischen diesen drei Funktionen:

$$h(x) = \int_{-\infty}^{\infty} f(y) g(x-y) dy \quad (6)$$

Jones versuchte die unbekannte, gesuchte Funktion $f(x)$ durch Ansätze mit Cauchy- oder Gauß-Profilen zu finden. Stokes (28) gelang es jedoch, die gesuchte Funktion ohne weitere Annahmen aus den bekannten Funktionen $h(x)$ und $g(x)$ abzuleiten. Im allgemeinen werden $h(x)$ und $g(x)$ punktweise gemessen, so daß Gl. (6) übergeht in:

$$h(x) = \sum f(y) g(x-y) \delta y \quad (7)$$

wobei δy die Schrittweite bedeutet. Stokes stellte die Funktionen $h(x)$, $g(x)$ und $f(x)$ als Fourierreihen dar

$$\begin{aligned} f(x) &= \sum_{-\infty}^{+\infty} P(t) \exp(-2\pi i x t / a) \\ g(x) &= \sum_{-\infty}^{+\infty} G(t) \exp(-2\pi i x t / a) \\ h(x) &= \sum_{-\infty}^{+\infty} H(t) \exp(-2\pi i x t / a) \end{aligned} \quad (8)$$

$$H = H_0 + iH_1 \text{ etc.}$$

Eingesetzt in Gl. (7) erhält man nach einigen Umformungen (vgl. Zitat 28) das physikalische Linienprofil:

$$f(x) = \int_t \frac{H(t)}{a \cdot G(t)} \exp(-2\pi i x t / a) \quad (9)$$

In den Gl. (8) und (9) ist a die Intervalllänge. Unterhalb $-\frac{a}{2}$ und oberhalb $+\frac{a}{2}$ haben die Funktionen f und g den Wert Null.

Die Fourierkoeffizienten von $f(x)$ ergeben sich zu

$$\begin{aligned} F(t) &= \frac{H(t)}{G(t)} = A(t) + iB(t) \\ A(t) &= \frac{H_r G_r + H_1 G_1}{G_r^2 + G_1^2} \\ B(t) &= \frac{H_1 G_r - H_r G_1}{G_r^2 + G_1^2} \end{aligned} \quad (10)$$

Damit erhält man nach Stokes das physikalische Linienprofil $f(x)$ und dessen Linienbreite δ aus den Daten des Eichpräparats und den Daten der untersuchten Probe ohne jede weitere Annahme. Außerdem ist es grundsätzlich nicht notwendig, eine Trennung des Ka-Doublets vorzunehmen. In der vorliegenden Arbeit wurden jedoch die Reflexe des Eichpräparats und die der Kupferfilme im Rahmen eines Computerprogramms in allen Fällen getrennt, bevor die Bestimmung des physikalischen Linienprofils mit Hilfe der geschilderten Fourieranalyse nach Stokes erfolgte.

3.3. Fourieranalyse nach Warren-Averbach

Bei früheren röntgenographischen Untersuchungen begnügte man sich gewöhnlich damit, die relativ einfach zu bestimmenden Größen, wie zum Beispiel Linienlage und Linienbreite, auszuwerten. Dieses Vorgehen rechtfertigt sich durch die damit erzielten guten Ergebnisse. Die wichtigen und eigentlich interessierenden Eigenschaften der Linienprofile aber sind Größen zweiter Ordnung wie zum Beispiel die gesamte Form des Profils einschließlich der Ausläufer, kleine Linienverschiebungen und Asymmetrien der Linien, die völlig

vernachlässigt werden, wenn man nur mit den Linienbreiten arbeitet.

Die Arbeit von Stokes (28) wird ergänzt durch Arbeiten von Warren und Mitarbeitern (29,30). Diese konnten zeigen, daß sich die Intensitätsverteilung eines Reflexes als Fourierreihe darstellen läßt, deren Fourierkoeffizienten detaillierte Aussagen über den Realbau des Kristalls ermöglichen, wie zum Beispiel Aussagen über Stapelfehlerdichten und den Spannungszustand des Kristalls.

In der Arbeit von Warren und Averbach (29,30) wird gezeigt, daß die Intensitätsverteilung eines Reflexes sich darstellen läßt als:

$$P_{2\theta} = K \cdot N \cdot \sum_n (A_n \cos 2\pi n h_3 + B_n \sin 2\pi n h_3) \quad (11)$$

$$\text{mit } A_n = \langle \cos 2\pi l Z_n \rangle \cdot \frac{N_n}{N_3} \quad (12)$$

$$B_n = -\langle \sin 2\pi l Z_n \rangle \cdot \frac{N_n}{N_3} \quad (13)$$

N_n = Anzahl der Zellen im kohärent streuenden Bereich

N_3 = mittlere Anzahl von Zellen pro Säule

$Z_n a_3$ = Änderung der Säulenlänge mit der ursprünglichen Länge na_3 , Z_n ist ein Maß für Spannungen im Gitter

l = Reflexordnung ; $h_3 = 2a_3(\sin\theta)/\lambda$

a_3 = Richtungsvektor senkrecht zur Unterlagenebene

Dieser Darstellung liegt ein Modell zugrunde, nach dem das Kristallgefüge aus Säulen von Elementarzellen aufgebaut wird, die senkrecht auf der Reflexionsebene (001) stehen, ein Modell, das unabhängig von Warren und Averbach auch Bertault (31) entwickelt hat.

Die Sinuskoeffizienten B_n sind vernachlässigbar klein, wenn Gitterverzerrungen vorhanden sind, die solche Spannungen hervorrufen, deren Vorzeichen mit gleicher Wahrscheinlichkeit sowohl positiv als auch negativ sind. Die Kosinuskoeffizienten beschreiben dann den Einfluß von Teilchengröße und Gitterverzerrung auf die Linienform des Reflexes. Die Kosinuskoeffizienten lassen sich dann darstellen als Produkt

aus einem Teilchengrößenkoeffizienten A_n^S und einem Koeffizienten A_n^D , der die Gitterstörung beschreibt (29,30):

$$A_n = A_n^S \cdot A_n^D \quad (14)$$

mit $A_n^S = \frac{N_n}{N_3}$ (15)

$$A_n^D = \langle \cos 2\pi l Z_n \rangle$$

Aus Gl. (15) folgt, daß A_n^S unabhängig und A_n^D abhängig von der Reflexordnung l ist. Logarithmiert man (14), so ergibt sich:

$$\ln A_n(l) = \ln A_n^S + \ln A_n^D(l) \quad (16)$$

Für kleine Argumente des Kosinuskoeffizienten in Gl. (15) gilt:

$$\ln A_n^D(l) = \ln(1 - 2\pi^2 l^2 Z_n^2) = -2\pi^2 l^2 \langle Z_n^2 \rangle \quad (17)$$

$$\ln A_n(l) = \ln A_n^S - 2\pi^2 l^2 \langle Z_n^2 \rangle \quad (18)$$

d.h. eine Auftragung von $\ln A_n(l)$ als Funktion von l^2 ergibt eine Gerade. Aus dem Achsenabschnitt bei $l = 0$ läßt sich $\ln A_n^S$ ermitteln. Das bedeutet, daß es grundsätzlich möglich ist, Teilchengrößeneffekte von Gitterstörungseffekten zu trennen.

Es gibt jedoch Hinweise darauf (8), daß Gl. (18) nicht in jedem Fall Gültigkeit hat. Besonders, wenn nicht sicher gestellt ist, daß eine Gaußverteilung der Spannungen vorliegt, kann die Auftragung von $\ln A_n(l)$ gegen l^2 eine gekrümmte Kurve ergeben. Es wären also mindestens drei Reflexordnungen notwendig, um entscheiden zu können, ob die Werte entsprechend Gl. (18) auf einer Geraden liegen und ob damit die lineare Extrapolation auf $l = 0$ gerechtfertigt ist. Für kubische Kristalle ist die 3. Ordnung aber immer überlagert von einem anderen starken Reflex, zum Beispiel 111, 222, (333-511), außerdem sind die $\sin\theta/\lambda$ -Werte im allgemeinen so groß, daß die Messung schwierig oder unmöglich ist.

Dennoch kann $\ln A_n^S$ bestimmt werden, und zwar unter der Voraussetzung (30), daß die Größen der Kristallite, deren

Reflexionsebenen zur Unterlage parallel sind, und die Spannungen in diesen Kristalliten eine isotrope Verteilung aufweisen. In diesem Fall lassen sich alle Reflexe zur Auswertung heranziehen. Nach Warren (30) gilt dann

$$A_n^D(1) = \langle \cos 2\pi \frac{1}{L} Z_n \rangle = \langle \cos \left(\frac{2\pi h_0 \Delta L}{d} \right) \rangle \quad (19)$$

mit $h_0^2 = h^2 + k^2 + l^2$, $\Delta L = a_3 Z_n$, $L = na_3$

Für eine bequeme Auswertung ist es vorteilhaft, den Index n durch den Index $L = na_3$ zu ersetzen. Dann ergibt sich aus Gl. (18) für kleine Werte von h_0 und L :

$$\ln A_L(h_0) = \ln A_L^S - 2\pi^2 h_0^2 \langle (\Delta L)^2 \rangle / d^2 \quad (20)$$

Eine Auftragung von $\ln A_L(h_0)$ gegen h_0^2 ergibt als Achsenabschnitt bei h_0^2 gleich Null den Teilchengrößenkoeffizienten A_L^S und die Anfangssteigung ergibt

$$\tan \psi = 2\pi^2 \langle (\Delta L)^2 \rangle / d^2 = 2\pi^2 L^2 \langle \epsilon_L^2 \rangle / d^2 \quad (21)$$

Daraus kann man das quadratische Mittel $\langle \epsilon_L^2 \rangle$ der Spannungen ermitteln, denn die Spannungskomponente längs einer Zellsäule gemittelt über die Länge der Säule ist ϵ_L mit

$$\epsilon_L = (a_3 Z_n) / (a_3 n)$$

Dieses quadratische Mittel der Spannung ist eine Komponente senkrecht zu den reflektierenden Ebenen gemittelt über die Länge L , quadriert, und nochmals gemittelt über den Bereich der Probe, der von der Röntgenstrahlung ausgeleuchtet wird. Die Ausdrücke Teilchengrößenverbreiterung und Spannungsverbreiterung werden hier in einem weiteren Sinn verstanden. Die Spannungsverbreiterung faßt alle Verbreiterungseinflüsse zusammen, die sich im reziproken Gitter kontinuierlich mit der Reflexordnung ändern. Die Teilchengrößenverbreiterung berücksichtigt alle Einflüsse, die im reziproken Gitter unabhängig von der Reflexordnung sind.

Wie bei Warren und Averbach u.a. (30,32) gezeigt wird, läßt sich aus den Teilchengrößenkoeffizienten A_n^S die mittlere

Säulenlänge senkrecht zur Reflexionsebene bestimmen:

$$\left(\frac{dA_n^S}{dn}\right)_{n=0} = -\frac{1}{D^S} \quad (22)$$

das heißt die negative Anfangssteigung ergibt direkt die mittlere Säulenlänge D^S .

Mit der bequemeren Größe L ausgedrückt:

$$\left(\frac{dA_L^S}{dL}\right)_{L=0} = -\frac{1}{D^S} \quad (23)$$

Trägt man daher die Koeffizienten A_L^S über die Meßlänge L auf, dann müssen die ersteren auf einer Geraden liegen, deren Neigung mit der der Anfangstangente

$$\left(\frac{dA_L^S}{dL}\right)_{L=0} = -\frac{1}{D^S}$$

übereinstimmt. Extrapolation zur Abszisse ergibt sofort die mittlere Säulenlänge D^S .

In der Praxis beobachtet man oft statt des geforderten geradlinigen einen gekrümmten Anfangsteil der Kurve A_L^S über L . Diese Erscheinung wird als "hook-effect" bezeichnet und ist nach der Theorie unmöglich. Er wird verursacht durch experimentelle Fehler, und zwar durch die Tatsache, daß der Fourierkoeffizient A_0 relativ zu den anderen Koeffizienten A_L zu klein ist. Der Grund liegt in der schwierigen Festlegung des Untergrundes (lange Ausläufer der Reflexe) und damit der Profilfläche, der dem Fourierkoeffizienten A_0 entspricht. D^S wird in diesem Falle durch Extrapolation des geradlinigen Mittelteils der Kurve zur Abszisse bestimmt, was mit einer Korrektur der experimentellen Koeffizienten A_L^S durch neue Normierung gleichbedeutend ist.

Die Analyse der Reflexprofile nach Stokes-Warren-Averbach gestattet somit:

1. Die Trennung der instrumentellen von den allein interessierenden physikalischen Einflüsse auf Form und Lage des Reflexes.

2. Die Bestimmung von Teilchengrößen.
3. Die Trennung der Teilchengrößenverbreiterung von der Verbreiterung der Reflexe durch Gitterstörungen.
4. Aussagen über den Spannungszustand der Proben.

4. Untersuchung der Linienverschiebung

4.1. Stapelfehler

Linienverschiebungen können sowohl durch Verformungsstapelfehler, als auch durch äußere Stapelfehler und thermisch-induzierte Spannungen hervorgerufen werden. Pater-son (33) zeigte als erster, daß Verformungsstapelfehler in kubisch-flächenzentrierten Kristallen eine symmetrische Verbreiterung und eine Verschiebung des Reflexes hervor-rufen, dagegen verursachen Zwillingsstapelfehler und äußere Stapelfehler eine asymmetrische Verbreiterung. Die mittlere Anzahl hinsichtlich Verformungsstapelfehler ungestört auf-einanderfolgender Gitterebenen ist der Kehrwert der Wahr-scheinlichkeit α für Verformungsstapelfehler, also $1/\alpha$. Entsprechend ist $1/\beta$ die mittlere Anzahl ungestört aufein-anderfolgender Gitterebenen hinsichtlich Zwillingsstapel-fehler, wenn β die Zwillingsfehlerdichte ist.

Nach Warren (30) ergibt sich für die Linienverschie-bung:

$$\Delta(2\theta) = \frac{90 \sqrt{3} \alpha \tan \theta}{\pi^2 c_{hkl}} \quad (24)$$

c_{hkl} sind tabellierte Werte. Siehe Tab. 1.

Tab. 1: Orientierungsabhängigkeit der c_{hkl} für Verformungs-stapelfehler für kubisch-flächenzentrierte Metalle (30)

hkl	111	200	220	311	222	400
c_{hkl}	1/4	-1/2	1/4	-1/11	-1/8	1/4

Warren (30) zeigte außerdem, daß der (111)-Reflex zu großen Winkeln und der (200)-Reflex zu kleineren Winkeln verschoben werden, so daß es geschickter ist, die (111)- und (200)-Re-flexverschiebung zu kombinieren.

$$\Delta(2\theta_{200} - 2\theta_{111}) = - \frac{45 \sqrt{3} \alpha}{\pi^2} (\tan \theta_{200} - \frac{1}{2} \tan \theta_{111}) \quad (25)$$

2. Die Bestimmung von Teilchengrößen.
3. Die Trennung der Teilchengrößenverbreiterung von der Verbreiterung der Reflexe durch Gitterstörungen.
4. Aussagen über den Spannungszustand der Proben.

4. Untersuchung der Linienverschiebung

4.1. Stapelfehler

Linienverschiebungen können sowohl durch Verformungsstapelfehler, als auch durch äußere Stapelfehler und thermisch-induzierte Spannungen hervorgerufen werden. Pater-son (33) zeigte als erster, daß Verformungsstapelfehler in kubisch-flächenzentrierten Kristallen eine symmetrische Verbreiterung und eine Verschiebung des Reflexes hervor-rufen, dagegen verursachen Zwillingsstapelfehler und äußere Stapelfehler eine asymmetrische Verbreiterung. Die mittlere Anzahl hinsichtlich Verformungsstapelfehler ungestört auf-einanderfolgender Gitterebenen ist der Kehrwert der Wahr-scheinlichkeit α für Verformungsstapelfehler, also $1/\alpha$. Entsprechend ist $1/\beta$ die mittlere Anzahl ungestört aufein-anderfolgender Gitterebenen hinsichtlich Zwillingsstapel-fehler, wenn β die Zwillingsfehlerdichte ist.

Nach Warren (30) ergibt sich für die Linienverschie-bung:

$$\Delta(2\theta) = \frac{90 \sqrt{3} \alpha \tan \theta}{\pi^2 c_{hkl}} \quad (24)$$

c_{hkl} sind tabellierte Werte. Siehe Tab. 1.

Tab. 1: Orientierungsabhängigkeit der c_{hkl} für Verformungs-stapelfehler für kubisch-flächenzentrierte Metalle (30)

hkl	111	200	220	311	222	400
c_{hkl}	1/4	-1/2	1/4	-1/11	-1/8	1/4

Warren (30) zeigte außerdem, daß der (111)-Reflex zu großen Winkeln und der (200)-Reflex zu kleineren Winkeln verschoben werden, so daß es geschickter ist, die (111)- und (200)-Re-flexverschiebung zu kombinieren.

$$\Delta(2\theta_{200} - 2\theta_{111}) = - \frac{45 \sqrt{3} \alpha}{\pi^2} (\tan \theta_{200} - \frac{1}{2} \tan \theta_{111}) \quad (25)$$

Daraus ergibt sich für die Verformungsstapelfehlerdichte:

$$\alpha = - \frac{\Delta(2\theta_{200} - 2\theta_{111})}{\tan\theta_{200} - \frac{1}{2}\tan\theta_{111}} \cdot \frac{\pi^2}{45\sqrt{3}} \quad (26)$$

Wagner, Tetelmann und Otte (34) konnten zeigen, daß sich die Linienverschiebung auf Grund von Verformungsstapelfehlern in erster Näherung darstellen läßt durch:

$$\left(\frac{\Delta a}{a}\right)_{hkl} = \alpha_1 \cdot G_{hkl} \quad (27)$$

α_1 = Verformungsstapelfehlerdichte

G_{hkl} = Orientierungsabhängiger Zahlenfaktor

Die G_{hkl} -Werte sind in Tab. 2 (34) für verschiedene Kristallorientierungen zusammengestellt und in Abb. 7a graphisch dargestellt.

Tab. 2: Orientierungsabhängigkeit der G_{hkl} für Verformungsstapelfehler nach (34)

{hkl}	111	200	220	311	222	400
$G_{hkl} \cdot 100$	-3,45	+6,89	-3,45	1,25	1,72	-3,45

Nach Wagner (45) ergeben sich für äußere Stapelfehler die in Abb. 7b wiedergegebenen Gitterkonstantenverschiebungen.

4.2. Linienverschiebung durch thermisch induzierte Spannungen

Die aus der Linienverschiebung der einzelnen Reflexe errechenbaren Gitterkonstantenänderungen können zur Entscheidung herangezogen werden, wie stark thermisch induzierte Spannungen dafür die Ursache sind.

Die von Vook und Witt (35) berechneten relativen Kontraktionen des Gitters ϵ_z/ϵ in der Richtung senkrecht zur Filmebene für die Kristallite, deren {hkl}-Netzebenen parallel zur Filmebene liegen, sind in Tab. 3 und in Abb. 7c dargestellt.

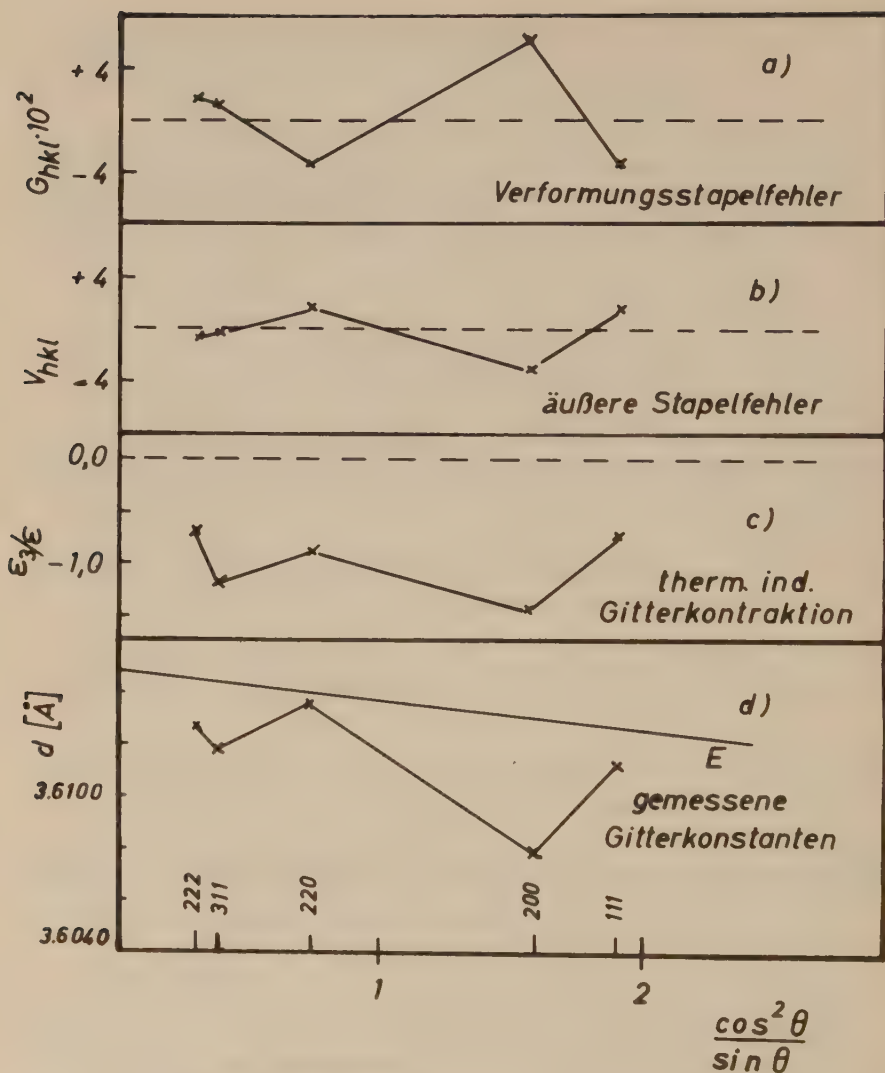


Abb. 7 Abhängigkeit der Gitterkonstanten d von der Orientierung (hkl)

- a) für Verformungsstapelfehler
- b) äußere Stapelfehler
- c) für thermisch induzierte Spannungen
- d) für Film Nr. 25 mit Eichgerade E

Tab. 3: Durch thermisch induzierte Spannungen in Kupferfilmen hervorgerufene relative Gitterkontraktionen ϵ_3/ϵ in der Richtung senkrecht zur Filmebene in Abhängigkeit von der Kristallorientierung {hkl}

{hkl}	111	200	220	311	222	400
ϵ_3/ϵ	-0,742	-1,445	-0,877	-1,231	-0,742	-1,445

Thermisch induzierte Spannungen können entstehen durch die unterschiedlichen Ausdehnungskoeffizienten von Kupferfilm und Unterlage.

Die Ausdehnungskoeffizienten betragen (36,37):

$$\begin{aligned}
 \alpha_{\text{Cu}} &= 16,8 \cdot 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{K}^{-1} \\
 \alpha_{\text{Glas}} &= 3,2 \cdot 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{K}^{-1} \\
 \alpha_{\text{Hostaflon}} &= 12-14 \cdot 10^{-5} \text{ } ^\circ\text{K}^{-1}
 \end{aligned} \quad (28)$$

Die Änderung der Gitterkonstanten im Fall der thermisch-induzierten Spannungen läßt sich berechnen (39)

$$\Delta a/a = \epsilon_{3hkl} \quad (29)$$

Die Größe der Erniedrigung der Gitterkonstanten ergibt sich zu:

$$\Delta d_{hkl}/d = \epsilon_{3hkl} \quad (30)$$

$\Delta d_{hkl}/d$ = relative Änderung der Gitterkonstanten
 ϵ_{3hkl} = Dehnung der Kupfergitters in der Richtung senkrecht zur Filmebene

Außerdem gilt:

$$\epsilon = (\alpha_F - \alpha_U) \Delta T \quad (31)$$

ϵ = Dehnung des Nickelgitters in der Filmebene
 α_F = thermischer Ausdehnungskoeffizient des Films
 α_U = thermischer Ausdehnungskoeffizient der Unterlage
 ΔT = wirksame Temperaturdifferenz

Das ergibt:

$$\Delta d_{hkl}/d = (\alpha_F - \alpha_U) \cdot \Delta T \cdot \epsilon_{3hkl} / \epsilon \quad (32)$$

Mit Gl. (32) kann man Abschätzungen für Gitterkonst.-Änderungen durchführen. Für den (111)-Reflex sollte sich zum Beispiel für das System Kupfer-Hostaflon mit der vorsichtigen Schätzung für $\Delta T = 100^\circ$ eine relative Gitterkonstantenänderung von $\Delta d/d = -9^\circ/100$ ergeben. Für das System Kupfer-Tempaxglas erhält man $\Delta d/d = 1^\circ/100$. Die wirksame Temperaturdifferenz ist durch die Temperatur der Unterlage beim Aufdampfen (77°K) und der Meßtemperatur (Zimmertemperatur) gegeben.

4.3. Eigenschaften von Hostaflon

Die für die Diskussion notwendigen Daten über die Eigenschaften des Hostaflons seien hier kurz zusammengestellt:

Die Beschichtung der Glasplatten mit Hostaflon wurde in dankenswerter Weise von der Fa. Hoechst durchgeführt. Es handelt sich um eine Mehrfachbeschichtung mit dem System VP 44-VP 37. Die Dicke der Schicht beträgt etwa 60 bis 80 μ . Die Verwendung von massiven Hostaflonplatten war nicht möglich, da, wie sich in Vorversuchen zeigte, solche Platten während des Ausheizens bei der Herstellung des UHV eine Durchbiegung erlitten, die eine Vermessung in der Röntgenapparatur, wenn nicht unmöglich, so doch sehr zweifelhaft werden ließen. Grundsätzlich läßt sich ein Einfluß durch das Tempaxglas auf die Hostaflonschicht nicht ausschließen, doch zeigten die Messungen deutliche Unterschiede gegenüber unbeschichteten Glasplatten, so daß eine Beeinflussung nur unbedeutend sein dürfte.

Abb. 8a zeigt die relative Längenänderung $\Delta l/l$ von Hostaflon in Abhängigkeit von der Temperatur T , Abb. 8b zeigt den Verlauf des Längenausdehnungskoeffizienten α als Funktion der Temperatur T . Die bei 293°K vorhandene hohe Ausdehnung ist eine Folge einer stattfindenden ersten Kristallumwandlung, der eine weitere bei 600°K folgt.

Bei getemperten Hostaflonproben kann man mit folgenden mittleren Ausdehnungskoeffizienten rechnen

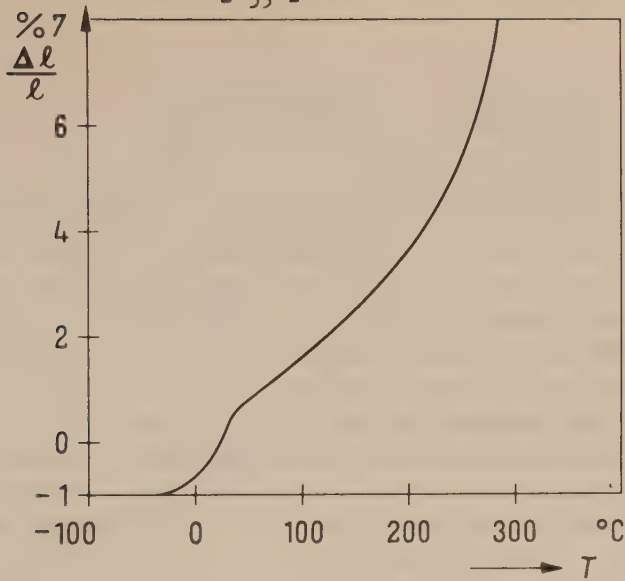


Abb. 8a Relative Längenänderung $\Delta l/l$ von Hostaflon in Abhängigkeit von der Temperatur (bezogen auf 20°C) (37)

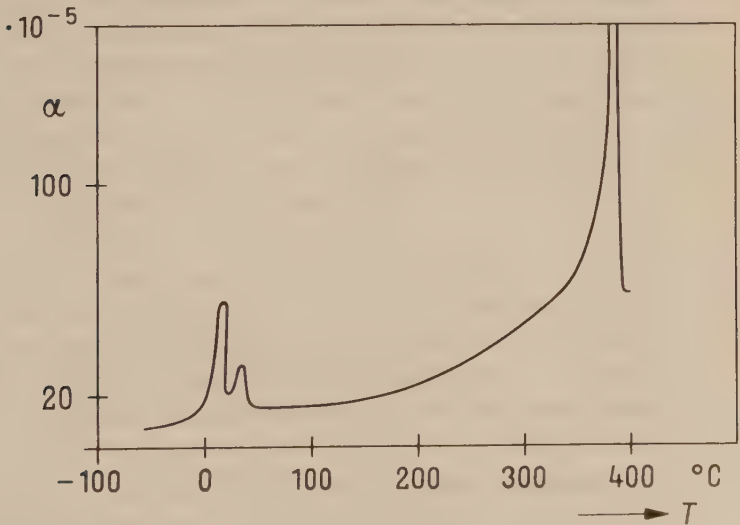


Abb. 8b Längenausdehnungskoeffizient α als Funktion der Temperatur (37)

20 bis 100°C	$\alpha = 160 \cdot 10^{-6}$	Grad ⁻¹
20 bis 200°C	$\alpha = 195 \cdot 10^{-6}$	Grad ⁻¹
20 bis 300°C	$\alpha = 250 \cdot 10^{-6}$	Grad ⁻¹

Zum Vergleich seien hier nochmals die Ausdehnungskoeffizienten von Kupfer und Tempaxglas angegeben.

$$\alpha_{\text{Cu}} = 168 \cdot 10^{-6} \text{ Grad}^{-1} ; \alpha_{\text{Tempaxglas}} = 3,2 \cdot 10^{-6} \text{ Grad}^{-1}$$

Im Bereich von Raumtemperatur bis etwa 600°K erfährt Hostaflon eine Volumenvergrößerung von etwa 30 Prozent.

Man ersieht jetzt den Grund für die Auswahl der Systeme Kupfer/Hostaflon und Kupfer/Tempaxglas. Der Ausdehnungskoeffizient von Kupfer liegt zwischen dem von Tempaxglas und dem von Hostaflon, jeweils um eine Größenordnung getrennt. Treten Effekte auf, die auf die unterschiedlichen Ausdehnungskoeffizienten zurückzuführen sind, so können diese gut diskutiert werden.

Bei Hostaflon sind die zwischenmolekularen Kräfte infolge der hohen Bindungsenergie zwischen Kohlenstoff und Fluor und wegen der geringen Polarisierbarkeit der Fluoratome wesentlich kleiner als bei anderen Kunststoffen. Die Folge hiervon ist, daß andere Stoffe an Hostaflon nicht oder nur sehr wenig haften. Die Adhäsion des Kupfers auf den mit Hostaflon beschichteten Tempaxglasplatten war deshalb im Vergleich zur Haftung auf den unbeschichteten Glasplatten schlecht.

Der Kupferfilm konnte durch kräftiges Reiben mit dem Finger stellenweise entfernt werden, jedoch wurden in keinem Fall, auch bei den dicksten Kupferfilmen nicht, ein Ablösen oder Abblättern des Films beobachtet. Der Reinigungsvorgang war der gleiche wie für die unbeschichteten Glasplatten.

Hostaflon konnte verwendet werden, da es einen für Kunststoffe ungewöhnlich niedrigen Dampfdruck besitzt. Er liegt bei 120°C noch unterhalb 10^{-5} Torr, bei Raumtemperatur bei 10^{-7} Torr. Da oberhalb von 600°K eine Zersetzung

des Hostaflons eintritt, wurde die Ausheiztemperatur bei der Erzeugung des UHV auf 250°C beschränkt.

Hostaflon ist nicht vollständig amorph wie Glas, sondern teilweise auskristallisiert. Für die Auswertung und Deutung der Ergebnisse an dem System Kupfer-Hostaflon war es daher notwendig, zu untersuchen, ob die Reflexe des Kupferfilms von Reflexen des Hostaflons überlagert oder diesen benachbart sind. Abb. 9 zeigt das Beugungsdiagramm einer hostaflonbeschichteten Tempaxglasplatte im 2θ -Bereich $5^{\circ} < 2\theta < 120^{\circ}$. Nur bei $2\theta = 21,5^{\circ}$ und $2\theta = 32,5^{\circ}$ erscheinen ein sehr intensiver und ein schwacher Reflex. Im gesamten Winkelbereich der Kupferreflexe von $50^{\circ} < 2\theta < 118^{\circ}$ liegen keine störenden Reflexe. Im allgemeinen waren die Reflexe des Systems Kupfer auf Hostaflon von einem stetig mit 2θ wesentlich stärker abnehmenden Untergrund überlagert als beim System Kupfer-Tempaxglas. Abb. 10 zeigt diesen Befund für einen besonders ausgeprägten Fall.

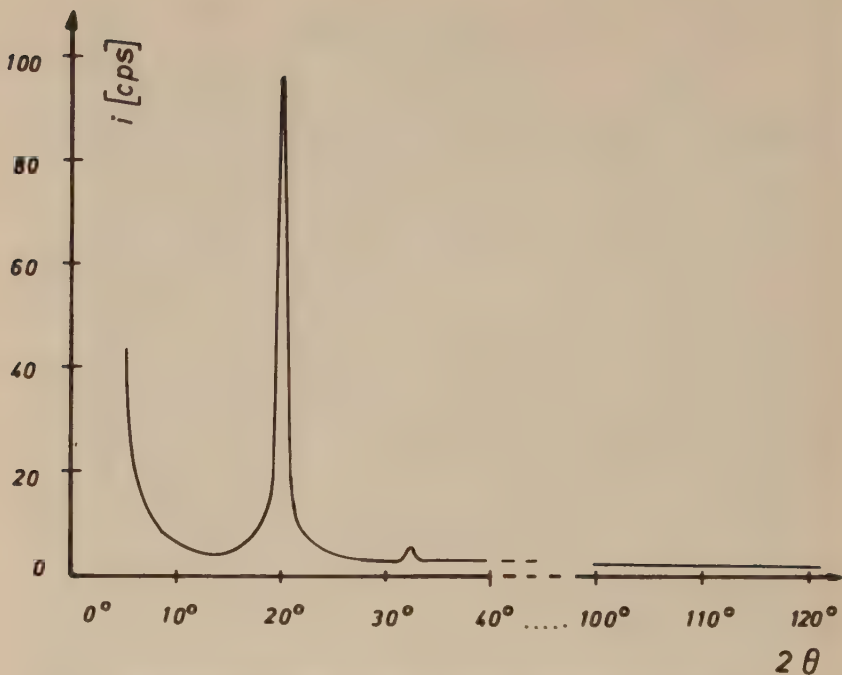


Abb. 9 Beugungsdiagramm einer Hostaflexbeschichtung

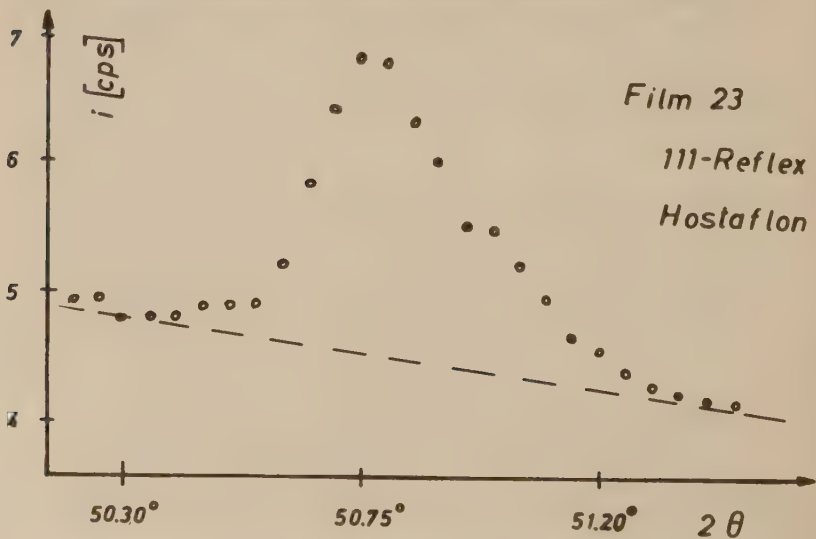


Abb. 10 (111)-Reflex des Films 23, System Kupfer/Hostaflex

5. Experimentelle Ergebnisse

In Tab. 4 sind für mehrere Filme die wichtigsten Herstellungsparameter zusammengestellt, die repräsentativ für alle untersuchten Filme sind.

5.1. Vorversuche

Die aufgedampften Kupferfilme mußten an der Atmosphäre vermessen werden. Um den Einfluß der Atmosphäre während der in manchen Fällen beträchtlichen Meßzeit (bis zu 48 Std. pro Reflex) zu untersuchen, wurden frisch aufgedampfte Filme sofort vermessen und eine Woche lang in Abständen von zwei Tagen von neuem vermessen. Es zeigte sich keine aus dem Bereich der Meßgenauigkeit fallende Änderung, die Einfluß auf die Halbwertsbreite, die Gitterkonstante und die Linienintensität gehabt hätte.

Die Lage der Platten in der Aufdampfzelle war ohne Einfluß: zwei Glasplatten in gegenüberliegenden Fenstern A_1 und A_3 ergaben identische Ergebnisse. Im Fall der Hostaflonplatten stellten sich bei einigen Kombinationen Unterschiede ein. Diese können aber unterschiedlichen Eigenschaften der Beschichtung zugeschrieben werden.

5.2. Winkellage und Gitterkonstantenänderung

Wie in Kapitel 3 erläutert worden ist, ist zur Bestimmung der genauen Winkellage der Reflexe stets eine Trennung des Ka-Doubletts vorgenommen worden.

Die Abb. 11 und 12 zeigen am Beispiel des Films 24 für das System Kupfer/Glas die Linienprofile des (111)- bzw. des (200)-Reflexes. Die Teilbilder a geben den gemessenen, überlagerten (α_1, α_2)-Reflex wieder. Die Aufteilung in die beiden Teilreflexe α_1 und α_2 nach der Methode von Du Mont und Kirkpatrick veranschaulichen die Teilbilder b. Die physikalischen Linienprofile, die die Profilsynthese von Stokes liefert, sind schließlich aus Abb. 11c und 12c zu entnehmen. Die Bestimmung der Profile in den Abb. 11b-c und 12b-c geschah mit Hilfe eines Computerprogramms im Rahmen der ge-

Tab. 4: Die wichtigsten Herstellungsparameter einiger Kupferfilme

Film-Nr.	10	11	12	16	18	19	20	21	22	23	24	25	26
Schichtdicke $\text{\AA}$	1580	1365	1800	665	920	2365	1460	2440	3540	660	6820	3800	3140
Aufdampftemperatur $^{\circ}\text{K}$	77	77	77	77	77	77	77	77	77	77	77	295	77
Aufdampfgeschw. $\text{\AA}/\text{min}$	50,5	68,5	72	41	40	13	56	13	62	52	46	49	53
Restgasdruck beim Aufdampfen 10^{-6} Torr	4	1,1	1,2	4	1,3	1,2	1,5	1,3	1,3	1,2	1,6	1,7	2,2
Temperatur T_{T} $^{\circ}\text{K}$	295	485	485	295	485	295	485	485	485	485	485	295	295
Mestemperatur $^{\circ}\text{K}$	295	295	295	295	295	295	295	295	295	295	295	295	295

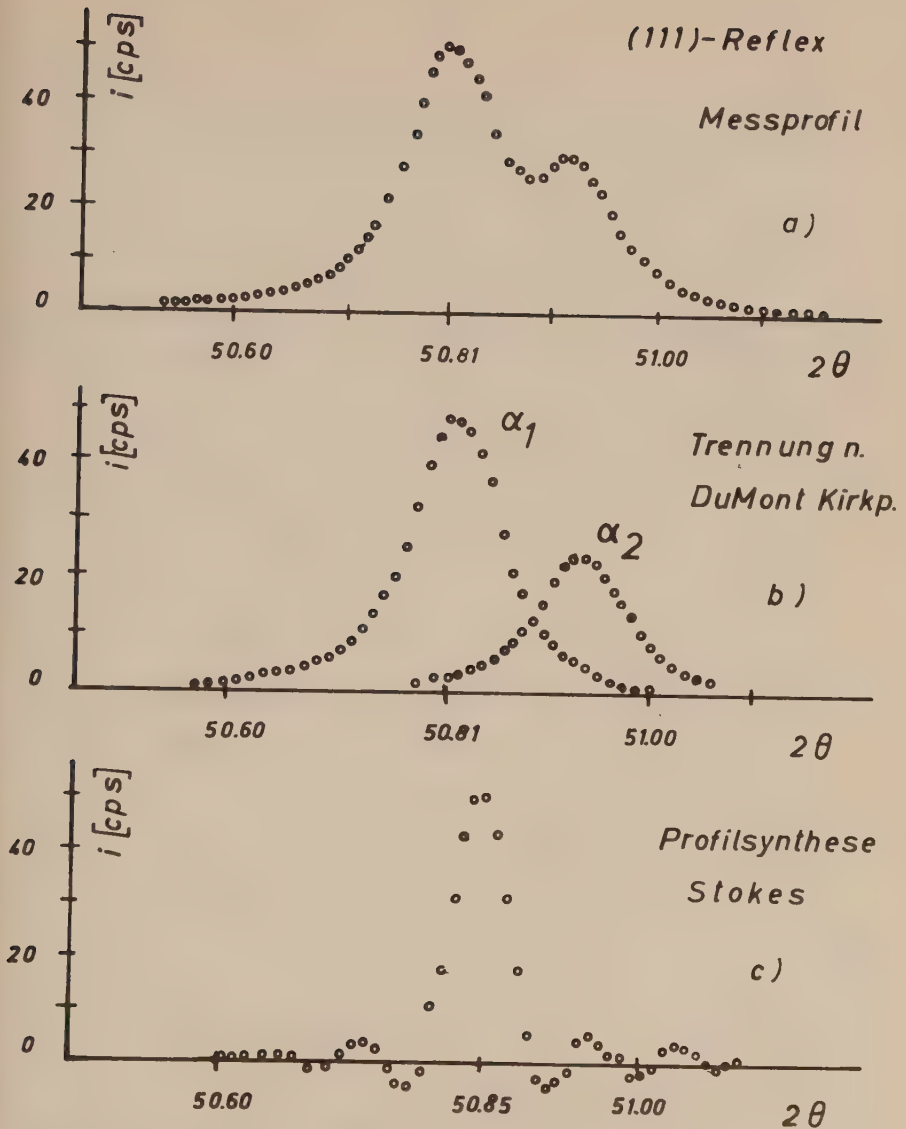


Abb. 11 (111)-Reflex des Films 24, System Kupfer/Glas
 a) Meßprofil
 b) Trennung der α -Komponenten nach Du Mont-Kirkpatrick
 c) Profilsynthese nach Stokes

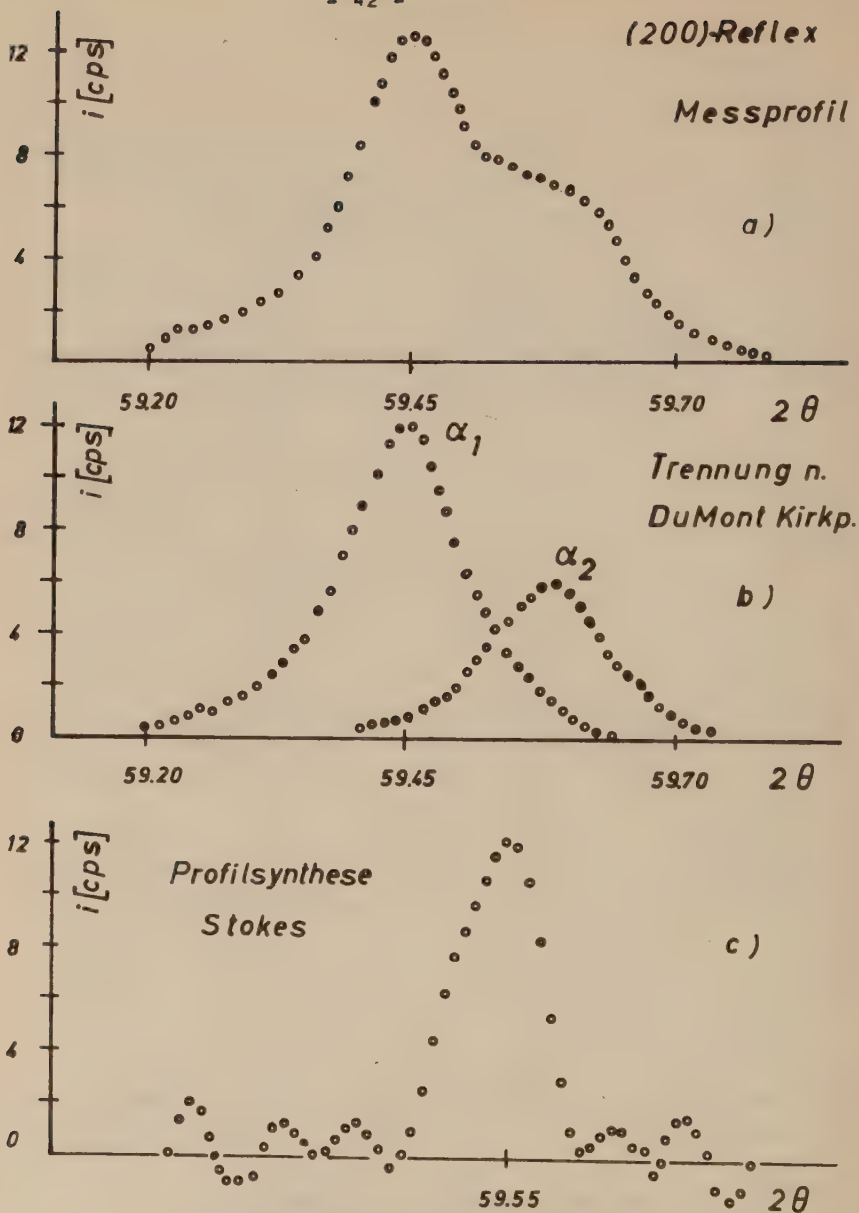


Abb. 12 (200)-Reflex des Films 24, System Kupfer/Glas
 a) Meßgerät
 b) Trennung der α -Komponenten nach Du Mont-Kirkpatrick
 c) Profilsynthese nach Stokes

samen Fourieranalyse nach Stokes-Warren-Averbach (vgl. Anhang).

Einen Überblick über die Ergebnisse, die an den Filmen 19 bis 22 und 24 bis 26 erhalten wurden, vermittelt die Tab. 5. Zum Vergleich sind auch die mit dem Eichpräparat gemessenen Werte aufgenommen worden. Man erkennt, daß die Trennung der Reflexe nach Du Mont und Kirkpatrick erwartungsgemäß eine Verschiebung der Lage des Maximums des α_1 -Reflexes gegenüber dem überlagerten Reflex nach kleineren Winkeln hin bewirkt, sofern - sie bei den (111)-Reflexen - eine hinreichend starke Überlappung der α -Komponenten vorliegt. Durch die Profilsynthese wird das Maximum dann wieder nach größeren Winkeln hin verschoben. Der Einfluß auf die Größe der Gitterkonstante ist gemäß der Braggschen Gleichung gerade entgegengesetzt.

Abb. 13 zeigt für mehrere Filme die Gitterkonstanten für die fünf vermessenen Reflexe in einer Auftragung gegen $\frac{\cos^2 \theta}{\sin \theta}$ (entsprechend Abschnitt 2.6., Gl. (2)).

Das obere Teilbild zeigt die Gitterkonstanten, wie sie sich nach den Verfahren von Du Mont und Kirkpatrick ergeben, und das untere die nach Stokes berechneten (vgl. Tab. 5). Die Kreise beziehen sich auf das System Kupfer/Tempaxglas, die Kreuze auf das System Kupfer/Hostafon. Die mit E bezeichnete Gerade ist aus Abb. 4 übernommen und charakterisiert die in gleicher Justierung mit dem Eichpräparat gewonnenen Werte für die Gitterkonstante.

Wenn von Film zu Film auch gewisse Unterschiede zu erkennen sind, so zeigen die Abb. 13a-d doch eine Reihe übereinstimmender Merkmale:

1. Alle an den Filmen gemessenen Gitterkonstanten sind kleiner als beim Eichpräparat und damit auch kleiner als beim kompakten Material.

2. Das Ausmaß der gefundenen Erniedrigung ist bei der Auswertung der Meßergebnisse mit Hilfe der Profilsynthese nach Stokes größer als bei der Auswertung nach Du Mont und Kirkpatrick.

Tab. 5: Die Winkellagen der überlagerten Reflexe, der $K\alpha_1$ -Komponenten (Trennung nach Du Mont-Kirkpatrick) und nach Durchführung der Profilsynthese (Stokes); dazu die entsprechenden Gitterkonstanten

Film-Nr.	Film-Unterlage	Film- θ	Film- ϕ	hkl	2 θ (überlag.)	2 θ (DuMont-Kirkpatr.)	Gitterkonst. A (DuMont-Kirkpatr.)	2 θ (Stokes)	Gitterkonst. A (Stokes)
19	Eich- nßparat	111			50.795	50.785	3.6128		
		200			59.350	59.350	3.6134		
		220			88.84	88.840	3.6146		
		311			110.30	110.300	3.6149		
		222			117.99	117.990	3.6150		
	Glas	111			50.82	50.80	3.6118	50.84	3.6092
		200			-	-	-	-	-
		220	2365		-	-	-	-	-
		311			110.45	110.45	3.6116	110.61	3.6081
		222			118.30	118.30	3.6092	118.48	3.6058
	Hostafilon	111			50.85	50.85	3.6118	50.90	3.6052
		200			59.42	59.40	3.6106	59.52	3.6040
		220	2365		-	-	-	-	-
		311			-	-	-	-	-
		222			118.05	118.05	3.6139	118.11	3.6127
20	Glas	111			50.85	50.80	3.6118	50.87	3.6072
		200			59.45	59.40	3.6106	59.53	3.6035
		220	1460		88.95	88.90	3.6127	79.01	3.6092
		311			110.45	110.45	3.6116	110.57	3.6090
		222			118.10	118.10	3.6129	118.18	3.6114
	Hostafilon	111			50.85	50.80	3.6118	50.87	3.6072
		200			59.42	59.42	3.6095	59.54	3.6035
		220	1600		88.90	88.90	3.6127	88.94	3.6114
		311			110.40	110.40	3.6127	110.46	3.6114
		222			118.10	118.10	3.6129	118.20	3.6110

Film-Nr.	Film-Unterlage	Film-Ö	hkl	2θ (überlag.)	2θ (DuMont-Kirkpatr.)	Gitterkonst. Å (DuMont-Kirkpatr.)	2θ (Stokes)	Gitterkonst. Å (Stokes)
21	Glas	2440	111	50.83	50.83	3.6099	50.88	3.6065
			200	59.40	59.40	3.6106	59.46	3.6073
			220	88.90	88.90	3.6127	88.92	3.6120
			311	110.45	110.45	3.6116	110.53	3.6099
			222	118.05	118.05	3.6139	118.09	3.6131
	Hostafilon	2560	111	50.85	50.80	3.6118	50.87	3.6072
			200	59.30	59.30	3.6106	59.45	3.6073
			220	88.90	88.90	3.6127	88.96	3.6107
			311	110.40	110.40	3.6127	110.50	3.6105
			222	118.05	118.05	3.6139	118.09	3.6131
	Glas	3540	111	50.85	50.85	3.6085	50.91	3.6046
			200	59.40	59.40	3.6106	59.52	3.6040
			220	88.90	88.88	3.6134	88.97	3.6105
			311	110.40	110.40	3.6127	110.52	3.6101
22			222	118.05	118.05	3.6139	118.13	3.6123
	Hostafilon	3540	111	50.85	50.85	3.6085	50.92	3.6039
			222	59.40	59.35	3.6134	59.46	3.6073
			220	88.90	88.90	3.6121	88.94	3.6114
			311	110.37	110.37	3.6134	110.47	3.6112
			222	118.05	118.05	3.6139	118.09	3.6131
	Glas	6820	111	50.81	50.81	3.6112	50.85	3.6092
			200	59.45	59.45	3.6079	59.55	3.6029
			220	88.92	88.91	3.6124	89.01	3.6092
			311	220.47	110.45	3.6116	110.54	3.6092
24			222	118.06	118.06	3.6137	118.32	3.6118
	Hostafilon	6820	111	50.82	50.80	3.6118	50.84	3.6085
			200	59.41	59.41	3.6101	59.49	3.6068
			220	88.91	88.90	3.6124	88.98	3.6100
			311	110.43	110.57	3.6120	110.56	3.6103
			222	118.07	118.07	3.6135	118.09	3.6131

Film- Nr.	Unterlage	Film- dicke A	o hkl	20 (überlag.)	20 (DuMont-Kirkpatr.)	Gitterkonst. A (DuMont-Kirkpatr.)	20 (Stokes)	Gitterkonst. A (Stokes)
25	Glas	3800	111	50.81	50.81	3.6112	50.83	3.6099
			200	59.45	59.45	3.6079	59.56	3.6024
			220	88.87	88.87	3.6136	88.86	3.6136
			311	110.50	110.44	3.6127	110.57	3.6090
			222	118.11	118.11	3.6127	118.21	3.6110
	Hostafilon 3800		111	50.83	50.83	3.6098	50.87	3.6072
			200	59.44	59.44	3.6084	59.54	3.6040
			220	88.93	88.95	3.6111	89.64	3.6109
			311	110.49	110.45	3.6116	110.51	3.6097
			222	118.09	118.09	3.6131	118.17	3.6120
			111	50.82	50.82	3.6105	50.84	3.6092
			200	59.47	59.47	3.6068	59.59	3.6018
			220	88.99	88.99	3.6098	88.98	3.6097
			311	110.41	110.34	3.6129	110.92	3.6105
			222	118.09	118.09	3.6131	118.12	3.6120
26	Glas	3140	111	50.81	50.81	3.6112	50.84	3.6092
			200	59.43	59.43	3.6090	59.53	3.6040
			220	88.93	88.93	3.6120	89.00	3.6098
			311	110.40	110.39	3.6129	110.54	3.6084
			222	118.09	118.09	3.6131	117.91	3.6118
	Hostafilon 3140		111	50.81	50.81	3.6112	50.84	3.6092
			200	59.43	59.43	3.6090	59.53	3.6040

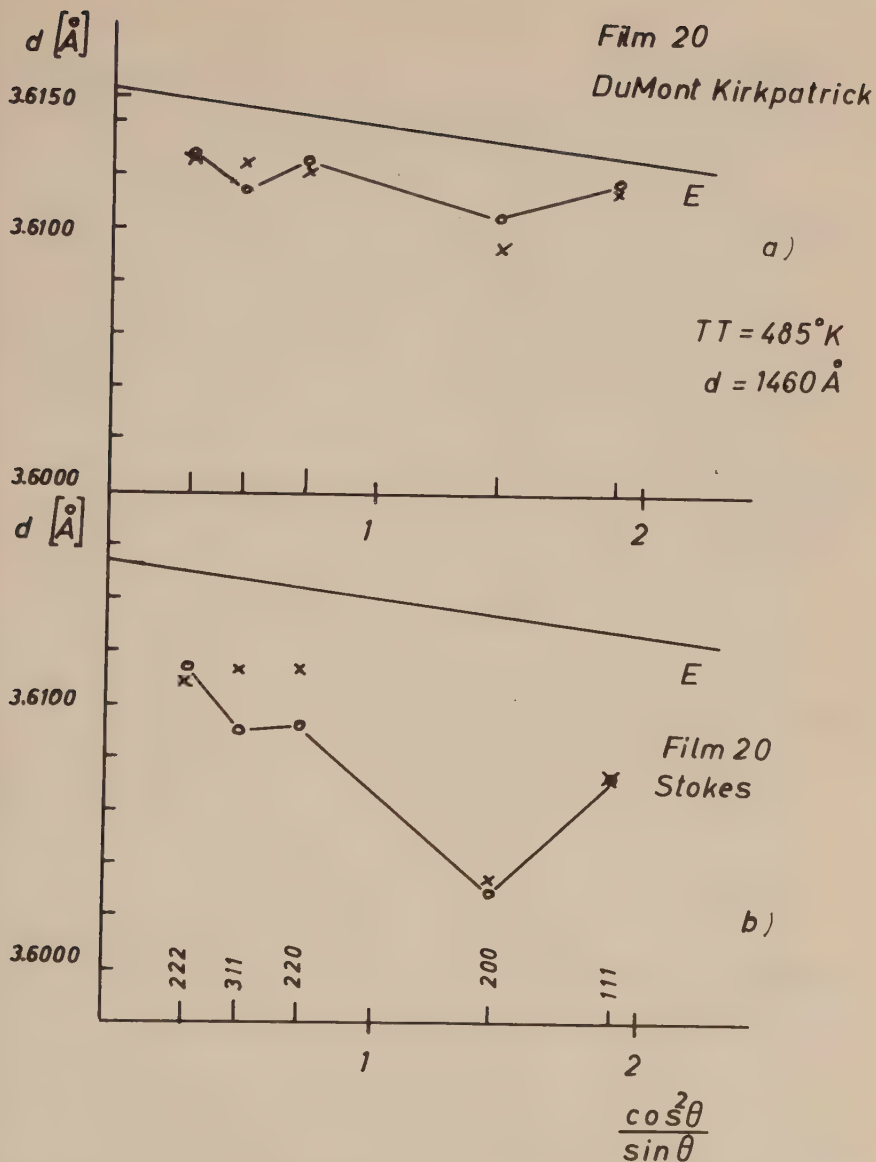


Abb. 13a E Gitterkonstanten des Eichpräparates
a Gitterkonstanten des Films 20, berechnet n.DuMont-Kirkp
b Gitterkonstanten des Films 20, berechnet nach Stokes

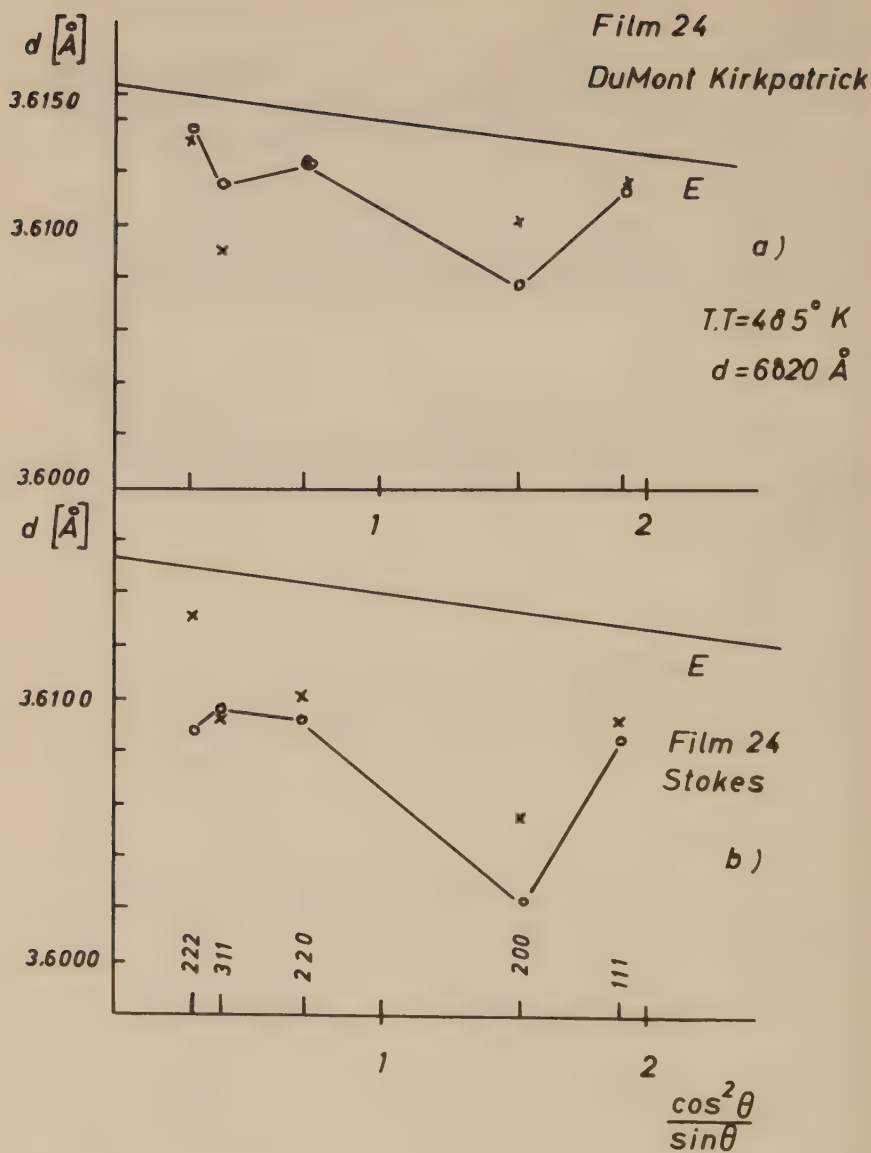


Abb. 13b E Gitterkonstanten des Eichpräparates
 a Gitterkonstanten des Films 24, berechn.n.DuMont-Kirkpatrick
 b Gitterkonstanten des Films 24, berechn.n.Stokes

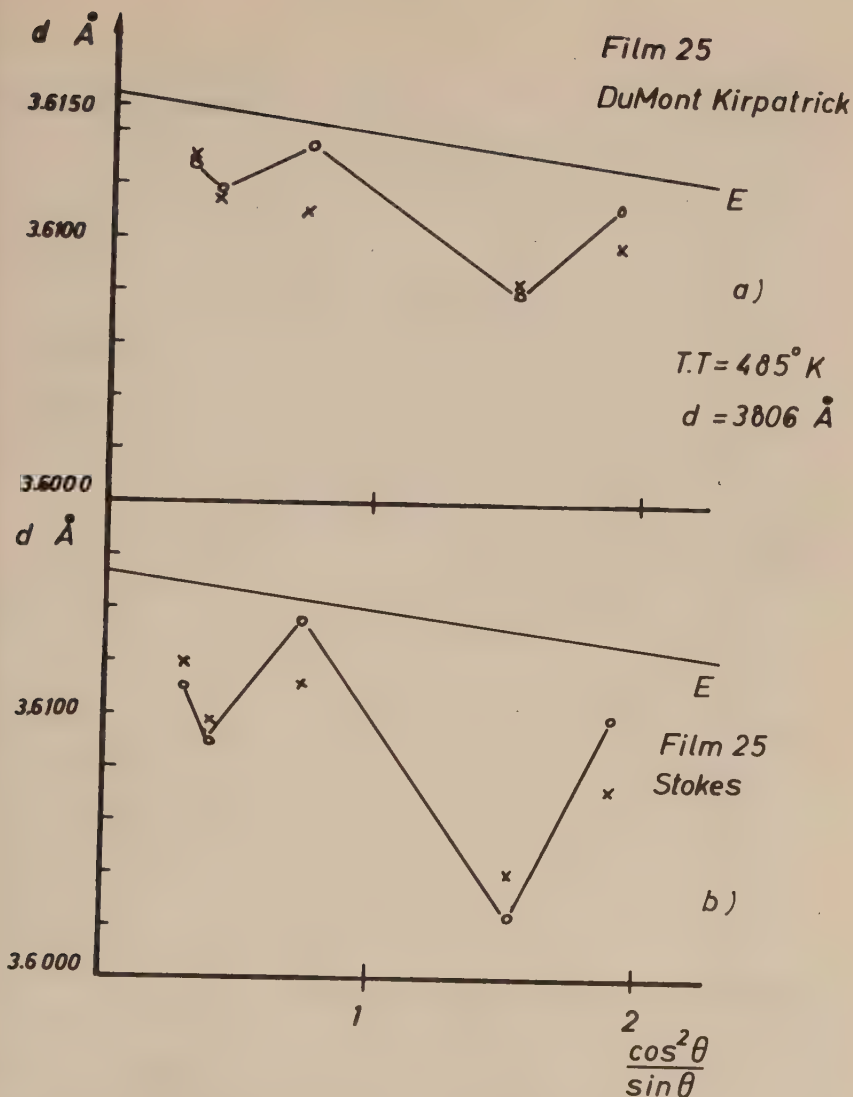


Abb. 13c E Gitterkonstanten des Eichpräparates
a Gitterkonstanten des Films 25, berechn.n.DuMont-Kirkp.
b Gitterkonstanten des Films 25, berechn.n.Stokes

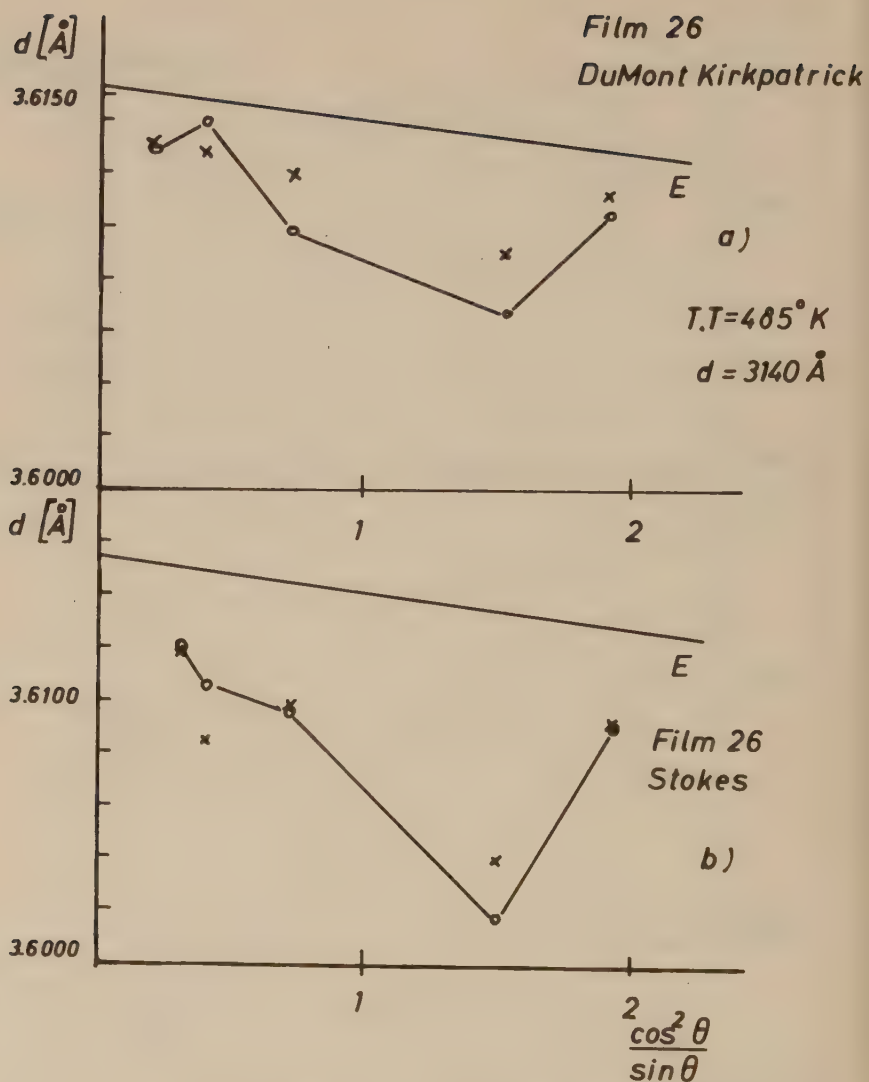


Abb. 13d E Gitterkonstanten des Eichpräparates
a Gitterkonstanten des Films 26, berechn.n.DuMont-Kirkpatrick
b Gitterkonstanten des Films 26, berechn.n.Stokes

3. Das Ausmaß der Gitterkontraktion ist abhängig von der Orientierung der Kristallite.

4. Sofern zwischen den Systemen Kupfer/Glas und Kupfer/Hostaflon Unterschiede bezüglich der Gitterkontraktion auftreten, ist sie beim System Kupfer/Glas stärker als beim System Kupfer/Hostaflon.

Die Verschiebungen der Reflexlage zu größeren Werten an der Profilsynthese werden verursacht durch die Sinuskoeffizienten bei der Berechnung des physikalischen Linienprofils. Dieser Befund liegt auch bei der Arbeit von Cohen und Wagner (42) vor. Diese Autoren geben eine Verschiebung der Winkellage des Reflexmaximums gegenüber dem gemessenen Maximum nach erfolgter Profilsynthese von etwa 5 Prozent an. In der vorliegenden Arbeit betrugen die Reflexverschiebungen bis zu 0,2 Grad in der 2θ -Skala; im allgemeinen lagen die Reflexverschiebungen $\Delta 2\theta$ im Bereich $-1/100 < \Delta 2\theta < 10/100$ Grad. Das würde bedeuten, daß die durch die Profilsynthese erfolgte Abtrennung der instrumentellen Einflüsse Gitterkonstantenänderungen vortäuscht. Man muß berücksichtigen, daß die Ergebnisse der Profilsynthese mit Hilfe des gesamten Beugungsprofils des entsprechenden Reflexes des Eichpräparates errechnet werden. Damit können alle möglichen Störungen im Profil des Eichpräparates die Ergebnisse der Profilsynthese beeinflussen, so daß bei der Auswertung der Winkellage der Methode von Du Mont und Kirkpatrick der Vorzug gegeben werden muß.

Für die orientierungsabhängigen Änderungen der Gitterkonstanten können zwei Effekte verantwortlich gemacht werden.

1. Thermisch induzierte Spannungen auf Grund der verschiedenen Ausdehnungskoeffizienten von Kupfer und Unterlage.
2. Stapelfehler.

Im Fall der thermisch induzierten Spannungen ergeben sich nur Erniedrigungen der Gitterkonstanten. Liegen Stapelfehler vor, so sind sowohl Erniedrigungen als auch Erhöhungen der Gitterkonstanten möglich (s. Abb. 7).

Ein Vergleich der ersten drei Reflexe (111, 200, 220) in den Abb. 13a-d mit Abb. 7 zeigt eine qualitative Übereinstimmung mit der Annahme thermisch induzierter Spannungen. Das gilt nicht mehr für die höher indizierten Reflexe. Bei den untersuchten Kupferfilmen ist es deshalb nicht möglich, die Abweichungen qualitativ allein mit Hilfe von thermisch induzierten Spannungen zu erklären, wie es im Fall des Nickels gelungen ist (39).

Der Verlauf der Gitterkonstanten in der Auftragung gegen $\frac{\cos^2\theta}{\sin\theta}$ kann auch nicht nur durch Verformungsstapelfehler im Kristallgitter erklärt werden. In diesem Fall müßte eine starke Vergrößerung der Gitterkonstanten gegenüber der des kompakten Materials für den (200)-Reflex und eine geringere Erhöhung der Gitterkonstanten für den (311)- und den (222)-Reflex beobachtet werden. Das findet keine Bestätigung in den Messungen. Auch die Annahme äußerer Stapelfehler kann, wie ein Vergleich der Abb. 13a-d mit Abb. 7b zeigt, das Meßresultat nicht erklären.

Am besten lassen sich die in den Abb. 13a-d und in Tab. 5 zusammengestellten Ergebnisse deuten, wenn man im wesentlichen thermisch induzierte Spannungen zugrunde legt und in einem gewissen Ausmaß äußere Stapelfehler mit berücksichtigt. Für eine quantitative Trennung der einzelnen Effekte reicht die Genauigkeit der Meßwerte jedoch nicht aus.

Dennoch lassen sich einige allgemeine Aussagen machen:

Die gemessenen Gitterkonstantenerniedrigungen sind weitgehend unabhängig von der Schichtdicke der Kupferfilme (vgl. Abb. 13a mit 13b).

Entsprechend den Ausführungen in Abschnitt 4.2. sollte für das System Kupfer/Glas bei einer Abkühlung der Filme von der Temperungstemperatur (495°K) auf die Meßtemperatur (295°K) durch die thermisch induzierten Spannungen beim (111)-Reflex eine Kontraktion um 2°/oo gefunden werden. Dieser Wert wird in keinem Fall experimentell erreicht.

Besonders auffällig ist, daß die Ergebnisse am System Kupfer/Hostaflon denen am System Kupfer/Glas sehr nahekommen,

obwohl unter Zugrundelegen des Ausdehnungskoeffizienten des Hostaflon eine Gitterdehnung senkrecht zur Filmunterlage gemessen werden sollte. Man muß hier wohl annehmen, daß die dicke Glasplatte der dünnen Hostaflonbeschichtung ihr thermisches Ausdehnungsverhalten aufprägt. Wie aus Abb. 8 hervorgeht, weist der Ausdehnungskoeffizient des Hostalons bei Zimmertemperatur eine Anomalie auf, die ebenfalls eine Gitterverzerrung im Kupfer-Film verursachen kann.

Kupferfilme auf Glasunterlage wurden auch von Vook und Witt untersucht. Diese fanden bei ihren Messungen wesentlich kleinere Gitterkontraktionen. Als Deutung geben sie an, daß die Gitterkontraktionen vor allem durch innere und äußere Stapelfehler und nur mit geringem Anteil von thermisch induzierten Spannungen verursacht werden. Im Gegensatz zu den Filmen in der vorliegenden Arbeit hafteten die Filme von Vook und Witt sehr schlecht auf der Unterlage. Die beiden Autoren berechneten die Stapelfehlerdichten mit Hilfe der Gl. (27) und fanden Werte von $\alpha = 0,01$ für einen $3000 \text{ \AA}$ dicken Film und $\alpha = 0,04$ für einen $9000 \text{ \AA}$ dicken Film. Es ist allerdings zu bedenken, daß Gl. (27) für kompaktes Material bzw. für Metallpulver abgeleitet worden ist und deshalb ihre Anwendung bei gleichzeitigem Vorliegen thermisch induzierter Spannungen problematisch ist.

5.3. Untersuchung der Linienbreiten

Die Auswertung der Reflexe hinsichtlich ihrer Linienbreiten ermöglicht die Bestimmung der Größe der Kristallite, deren Reflexionsebene parallel zur Unterlage liegt.

Mit Hilfe des im Abschnitt 2.5. beschriebenen, hochgetemperten Kupferblockes wurde die instrumentelle Linienbreite b ermittelt. Aus der von Alexander (27) angegebenen und in Abb. 6 dargestellten Abhängigkeit λ/B von b/B (B = Linienbreite der nach dem Verfahren von Du Mont und Kirkpatrick ermittelten $K\alpha_1$ -Komponente des gemessenen Beugungsreflexes) konnte dann die physikalische Linienbreite λ_A berechnet werden.

Tab. 6: Kristallitgrößenberechnung für verschiedene {hkl} nach der Methode von Alexander und mit Hilfe der Profilsynthese nach Stokes

Film-Nr.	Unterlage	Filmdicke $\text{\AA}$	hkl	Kristallitgröße				Meßtemp. $^{\circ}\text{K}$	Unterlagentemp. $^{\circ}\text{K}$
				D(Alexander) $\text{\AA}$	D(Stokes) $\text{\AA}$	$T^{\circ}\text{K}$	$M^{\circ}\text{K}$		
20	Glas	1460	111	1850	715				
			200	883	310				
			220	1280	483		295	77	
			311	1337	543				
			222	1127	761				
	Hostafion	1602	111	1408	442				
			200	1274	368				
			220	1155	782	495	295	77	1
			311	1343	715				5
			222	1160	(821)				4
21	Glas	2440	111	2435	775				
			200	1325	538				
			220	1532	875	495	295	77	
			311	595	457				
			222	1855	(2315)				
	Hostafion	2560	111	2560	763				
			200	1943	560				
			220	1563	811	495	295	77	
			311	1325	745				
			222	2470	(1402)				

Film-Nr.	Unterlage	Filmdicke λ	hkl	Kristallitgröße D(Alexander) λ	Kristallitgröße n(Stokes) λ	Temperaturstemp. $T_T^{\circ}K$	Meßtemp. $M_T^{\circ}K$	Unterlagestemp. $U_T^{\circ}K$
22	Glas	3540	111	3630	695			
			200	2002	567			
			220	-	-	495	295	77
			311	1459	785			
			222	2457	(1410)			
	Hostaflon	3540	111	2170	660			
			200	920	486			
			220	737	826	495	295	77
			311	-	-			
			222	1455	(1383)			
	Glas	6820	111	4810	1489			
			200	1860	478			
			220	2580	694	495	295	77
			311	1885	710			
			222	2670	975			
24	Hostaflon	6820	111	3740	1111			
			200	1557	741			
			220	1592	820	495	295	77
			311	1320	708			
			222	2545	(2602)			

Film-Nr.	Unterlage	Filmdicke λ	hkl	Kristallitgröße D(Alexander) $\text{\AA}$	Kristallitgröße D(Stokes) $\text{\AA}$	Temperaturtemp. $T^{\circ}\text{K}$	Mess-temp. $M^{\circ}\text{K}$	Unterlagentemp. $\text{\AA}$
25	Glas	3806	111	3450	1754			
			200	2075	399			
			220	(240)	(2797)	495	295	295
			311	1067	604			
			222	1517	707			
	Hostafilon	3806	111	3040	649			
			200	1788	475			
			220	1550	-	495	295	295
			311	1435	693			
			222	1390	(811)			
- 56 -								
26	Glas	3140	111	3540	1542			
			200	1155	436			
			220	(965)	(706)	295	295	295
			311	1390	631			
			222	1180	869			
	Hostafilon	3140	111	1580	1497			
			200	1280	514			
			220	1650	473	295	295	295
			311	1235	584			
			222	1450	795			

Die Profilsynthese nach Stokes lieferte durch die Ermittlung des physikalischen Linienprofils direkt die physikalische Linienbreite β_S .

Unter der Voraussetzung, daß Gitterverzerrungen und Stapelfehler keinen wesentlichen Beitrag zur Reflexverbreiterung liefern, konnten die Kristallitgrößen nach der Scherrerschen Beziehung, Gl. (5), aus β_A und β_S berechnet werden. Für die Scherrerkonstante K wurde 0,95 eingesetzt (25).

Auf die Bestimmung der Kristallitgrößen mit Hilfe der Fourieranalyse nach Stokes/Warren/Averbach soll ausführlich im folgenden Kapitel eingegangen werden.

Tab. 6 bringt eine Zusammenstellung der Ergebnisse von verschiedenen Filmen für die beiden untersuchten Systeme. Sie dient auch dem Vergleich der mit den verschiedenen Methoden berechneten Kristallitgrößen. In Abb. 14a und b sind die aus der Linienbreite des (111)-Reflexes und der Linienbreite des (200)-Reflexes mit der Methode von Alexander unter Verwendung der Scherrerschen Beziehung ermittelten Kristallitgrößen in Abhängigkeit von der Schichtdicke für beide Systeme dargestellt. Abb. 15a und b zeigen in der gleichen Darstellung die Resultate, die mit der Profilsynthese erhalten wurden. Es fällt auf, daß mit Hilfe der Methode von Alexander wesentlich größere Kristallitdimensionen gefunden werden als mit Hilfe der Profilsynthese.

Die Abb. 14 und 15 lassen deutlich erkennen:

1. Das Kristallwachstum hängt von der Unterlage und der Orientierung der Kristallite ab. Auf einer Hostaflonunterlage bilden sich kleinere Kristallite aus als auf einer Glasunterlage. Kristallite, die mit ihrer (200)-Ebene parallel zur Unterlage orientiert sind, sind kleiner als die, die ihre (111)-Ebene parallel zur Unterlage ausgerichtet haben.

2. Die Größe der Kristallite nimmt in allen Fällen mit zunehmender Schichtdicke zu.

3. Es ist kein eindeutiger Unterschied in der Kristallitgröße zwischen Filmen festzustellen, die bei Raumtemperatur

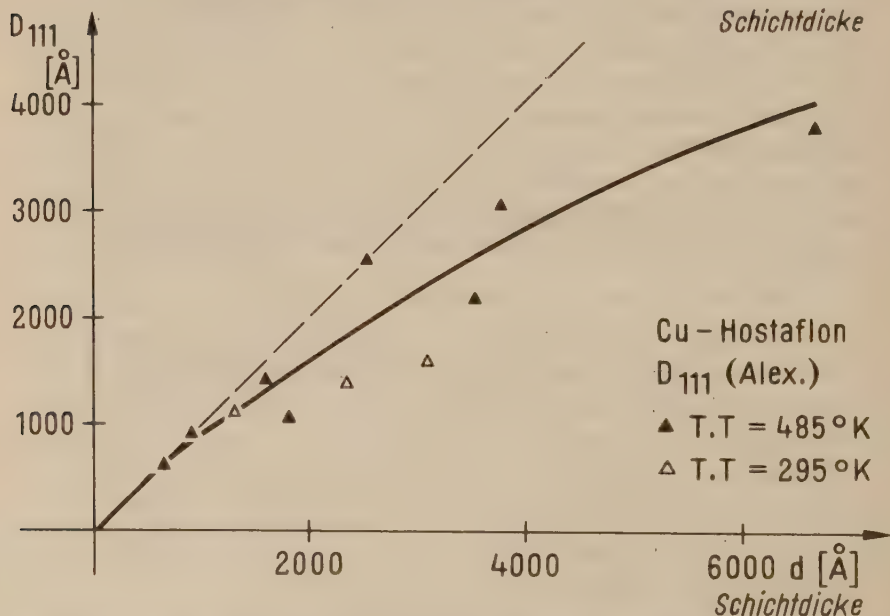
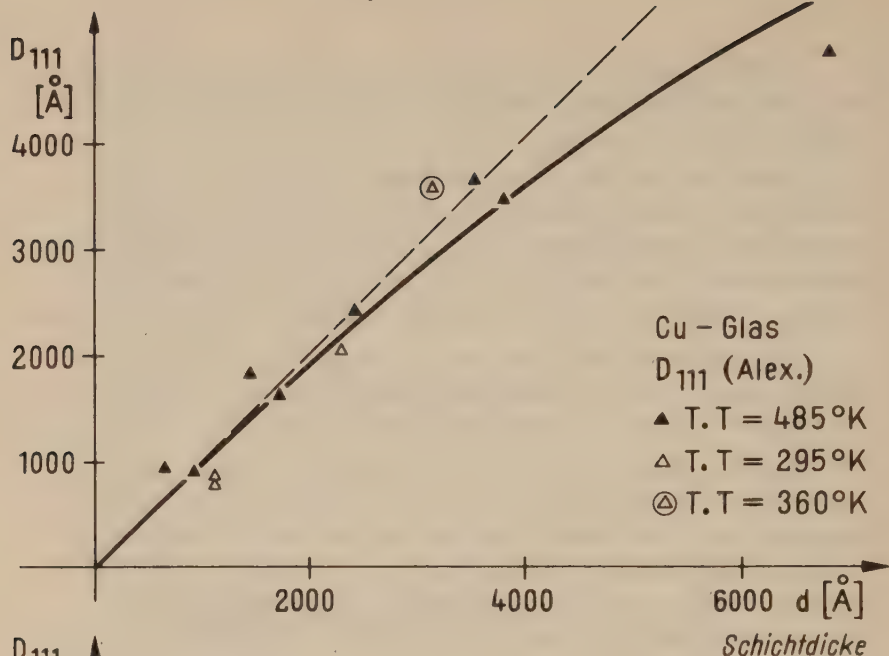


Abb. 14a Kristallitgröße D_{111} in Abhängigkeit von der Schichtdicke; Auswertung nach Du Mont-Kirkpatrick und Alexander (▲) TT = 485°K, (△) TT = 295°K

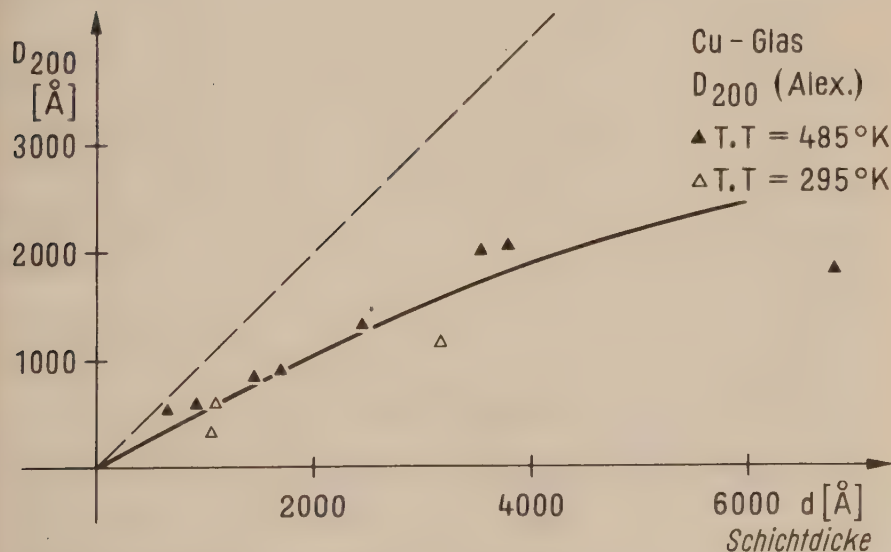
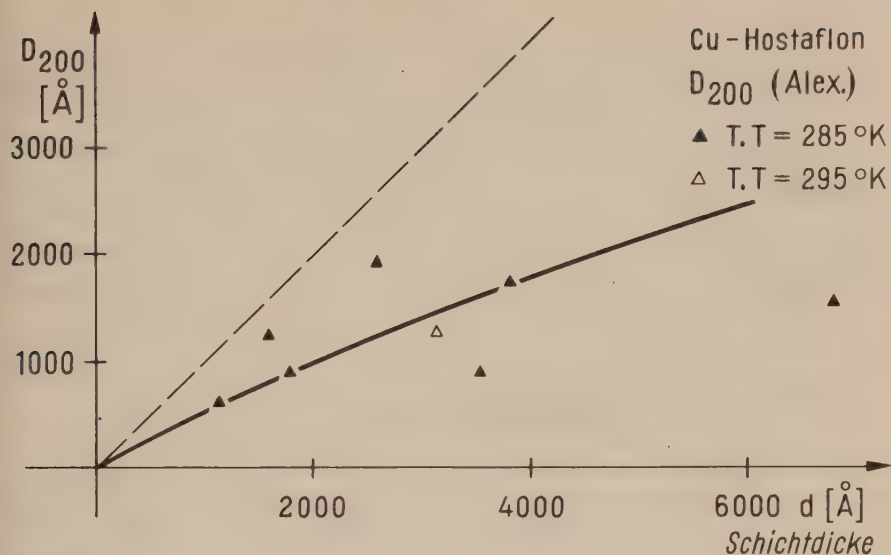


Abb. 14b Kristallitgrößen D_{200} in Abhängigkeit von der Schichtdicke d für beide 200 Systeme; Auswertung nach Du Mont-Kirkpatrick und Alexander
 $(\triangle)$ TT = 295° , $(\blacktriangle)$ TT = 485°K

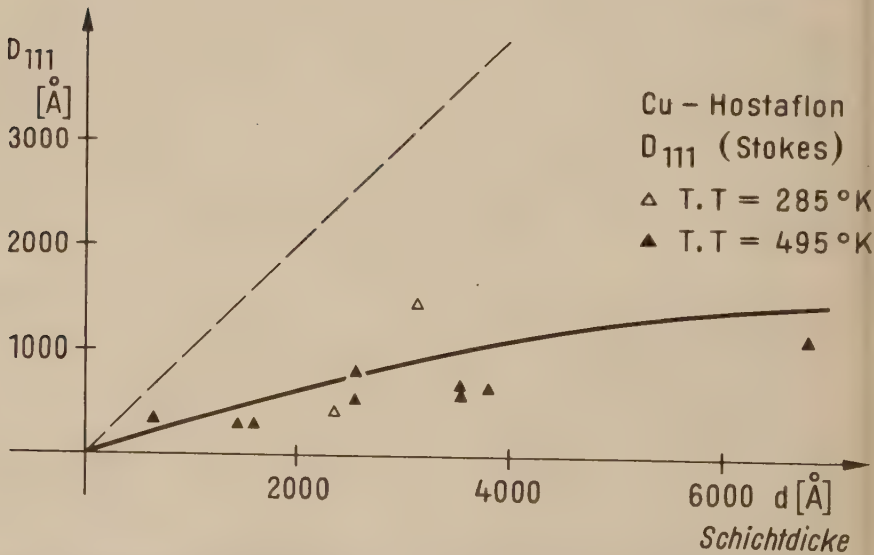
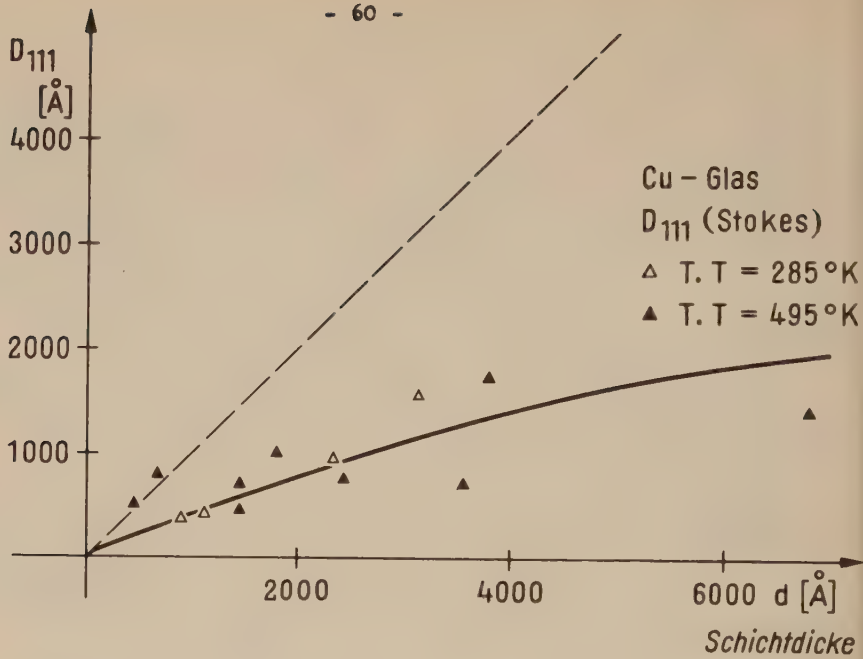


Abb. 15a Kristallitgrößen D_{111} in Abhängigkeit von der Schichtdicke d für beide Systeme; Auswertung nach der Profilsynthese. ($\triangle$) TT = 295 °K, ($\blacktriangle$) TT = 495 °K

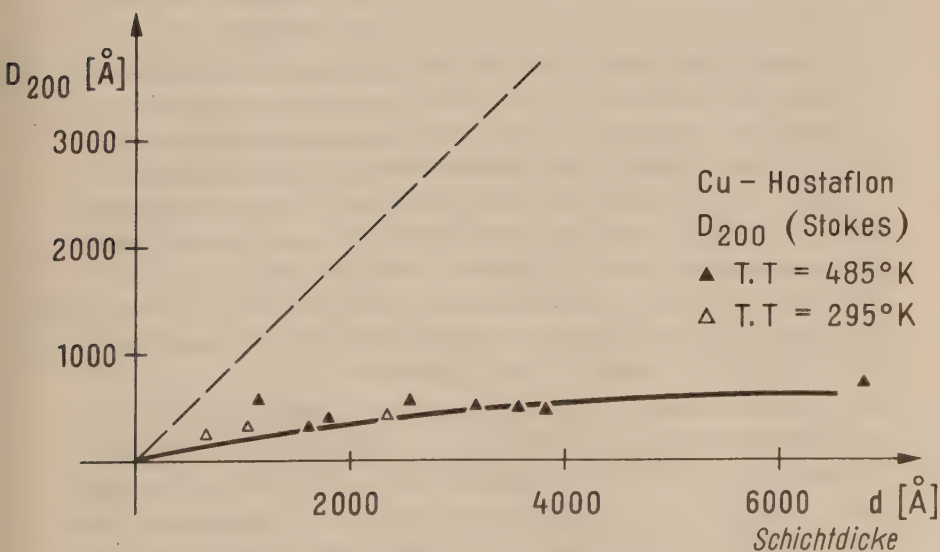
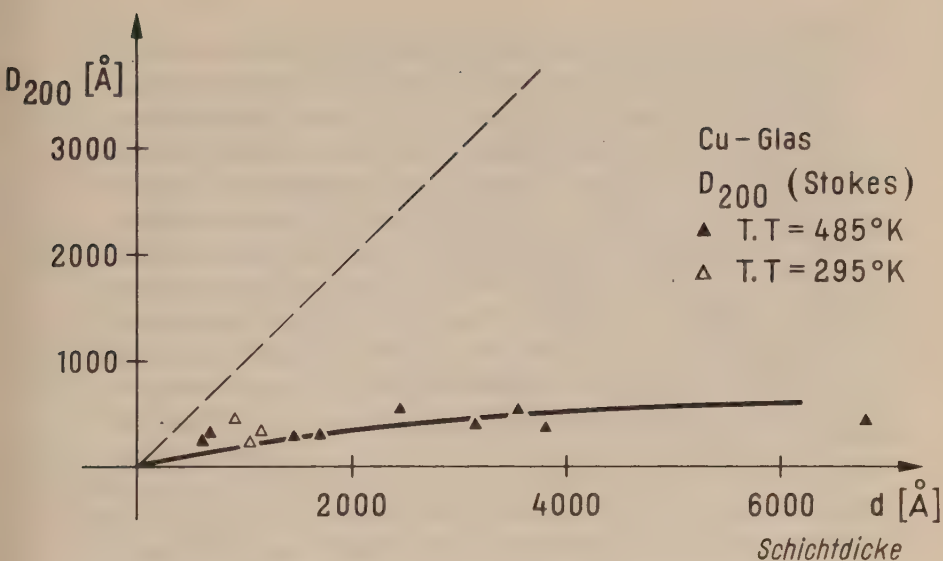


Abb. 15b Kristallitgrößen D_{200} in Abhängigkeit von der Schichtdicke d für beide Systeme; Auswertung nach der Profilsynthese
 (△) TT = 295°K, (▲) TT = 485°K

(295°K) oder bei 495°K getempert wurden.

Aus Abb. 14a folgt, daß in auf Glas aufgedampften Kupferfilmen die Kristallite, die mit der (111)-Ebene parallel zur Unterlage ausgerichtet sind, bis zu einer Dicke von 4000 Å eine Kristallitdicke aufweisen, die der Filmdicke entspricht. In einigen wenigen Fällen wurden sogar Kristallitdicken bestimmt, die die Filmdicke etwas übertrafen. Dieser Befund konnte nur bei den getemperten Filmen festgestellt werden und steht in Übereinstimmung mit Beobachtungen von Suhrmann, Wedler und Mitarbeitern (38) und Wißmann (39) an aufgedampften Nickelfilmen. Er wurde von diesen Autoren dahingehend gedeutet, daß bei der Temperung einzelne größere Kristallite aus dem Film herauswachsen. Der geringe Temperungseinfluß und die in der Größenordnung der Schichtdicke liegenden Kristallitgrößen lassen den Schluß zu, daß Kupferfilme bei Zimmertemperatur weitgehend ausgetempert sind. Das gilt zumindest für die Kristallite, deren (111)-Ebene parallel zur Unterlage ist.

Kupfer hat somit ein anderes Temperungsverhalten als Nickel. Wie Wißmann (39) zeigen konnte, ist das Kristallwachstum beim Nickel bei Zimmertemperatur bei weitem noch nicht abgeschlossen. Bei Nickelfilmen ist die Kristallitdicke D mit der Schichtdicke d bei einer Temperungstemperatur von 300°K nur für $d < 200 \text{ Å}$ identisch, bei einer Temperungstemperatur von 500°K für $d < 1000 \text{ Å}$. Wie beim Kupfer ist auch beim Nickel die Größe der Kristallite mit (100)-Orientierung wesentlich kleiner als die Größe der Kristallite mit (111)-Orientierung.

Wie bereits oben ausgeführt wurde, führt die Profilsynthese zu wesentlich kleineren Kristallitgrößen als die Auswertung nach Du Mont-Kirkpatrick. Es ist deshalb notwendig, an dieser Stelle zu prüfen, ob die Profilsynthese unter den gegebenen Bedingungen hinreichend zuverlässige Informationen zu geben vermag.

Die Güte des physikalischen Linienprofils hängt entscheidend von der Anzahl der Fourierkoeffizienten ab, die

zur Berechnung mit herangezogen werden. Wie Stokes (28) zeigte, müssen die Fourierkoeffizienten des Eichprofils immer größer sein als die Fourierkoeffizienten des Meßprofils. Durch diese Einschränkung wird der theoretische Fehler möglichst klein gehalten. Dennoch traten in den physikalischen Linienprofilen mit abnehmender Anzahl n von verwendeten Fourierkoeffizienten starke niederfrequente Oszillationen auf, während bei Berücksichtigung zu vieler Fourierkoeffizienten starke hochfrequente Oszillationen auftreten können. In beiden Fällen werden die Ergebnisse unsicher gemacht. In dieser Arbeit wurden die Fourierkoeffizienten durch die obengenannte Bedingung von Stokes eingeschränkt.

Die wichtigsten Ursachen für die Schwierigkeiten bei der Anwendung der Profilsynthese sind:

1. Untergrundfestlegung

Die zur Ermittlung des physikalischen Linienprofils notwendigen Fourierkoeffizienten werden durch die Festlegung des Untergrundes beeinflusst. Deshalb ist es erforderlich, die Ausläufer der Reflexe mit möglichst kleinen Schrittweiten auf beiden Seiten des Reflexmaximums zu vermessen, bis sich die Meßwerte nicht mehr von den Werten des Untergrundes unterscheiden. In dieser Arbeit erwies es sich als ausreichend, mit einer Schrittweite $\Delta\theta = 0,01^\circ$ die Reflexe beiderseits des Reflexmaximums im Winkelintervall $\Delta\theta = \pm 1^\circ$ zu vermessen. Das ergibt 201 Meßpunkte für einen Reflex. Größere Schrittweiten ($\Delta\theta = 0,02$ und $\Delta\theta = 0,05$) ergaben zwar noch gute Ergebnisse bei der Trennung der $K\alpha$ -Komponenten, jedoch verschlechterte Ergebnisse bei der Bestimmung des physikalischen Linienprofils.

2. Verhältnis von Reflexhöhe zu Untergrundschwankung

Die Reflexe wurden mit einem automatischen Schrittschaltwerk und vorgegebener Impulsvorwahl aufgenommen. Es zeigte sich, daß die Anzahl der verwendeten Fourierkoeffizienten um so größer und die Oszillationen um so geringer wurden, je höher die Impulsvorwahl gewählt wurde, das heißt

je kleiner das Verhältnis von Untergrundschwankung zu Reflexhöhe ist. Dieses Verhältnis ist bei dünnen Filmen größer als bei dicken Filmen. Ein Intensitätsverhältnis von Untergrundschwankung zu Reflexhöhe von etwa 1:25 führte bereits zu starken Oszillationen im physikalischen Linienprofil, die eine zuverlässige Bestimmung der Linienbreiten und somit der Kristallitgrößen erschwerten. Die das genannte Intensitätsverhältnis bestimmende Impulsvorwahl variierte zwischen 4000 und 40.000 Impulsen pro Meßpunkt. Das entspricht Meßzeiten zwischen 3 und 20 min pro Meßpunkt. Die Meßzeit für einen Reflex betrug bis zu 48 Stunden bei einer Schrittweite von $\Delta 2\theta = 0,01^\circ$. Nachteilig wirkt sich auch die Winkellage der Reflexe aus. Reflexe mit Beugungswinkeln im Bereich von $80^\circ < 2\theta < 120^\circ$ werden auf Grund des Polarisationsfaktors und der Lorentzkorrektur am schwächsten reflektiert (25). Dadurch werden der (220)-, (311)- und (222)-Reflex zusätzlich ungünstig beeinflusst. Besonders bei dem System Kupfer/Hostaflon fand man starke Untergrundschwankungen und kleine Reflexhöhen, was sich bei der Ermittlung des physikalischen Linienprofils nachteilig bemerkbar machte.

3. Winkelabstand zwischen Eich- und Meßprofil

Die Theorie der Profilsynthese verlangt, daß die Ermittlung der Fourierkoeffizienten des Meß- und Eichprofils im gleichen Winkelintervall vorgenommen wird. Die vorhandenen thermisch induzierten Spannungen bewirken, wie in Abschnitt 5.2. dargelegt, eine Verschiebung der Linienmaxima relativ zur Winkellage des Eichpräparates. Dadurch liegt das Maximum des Eichprofils nicht symmetrisch zum Intervallmittelpunkt, wodurch nicht zu vernachlässigende Sinuskoeffizienten des Eichprofils auftreten. Das hat zur Folge, daß die Anzahl der zur Berechnung des physikalischen Linienprofils verwendbaren Fourierkoeffizienten rasch abnimmt und zu niederfrequenten Oszillationen im physikalischen Linienprofil und damit zu unsicheren Ergebnissen führt. Filme mit geringen Spannungen und dicke Filme wegen eines günstigen Intensitätsverhältnisses von Reflexhöhe zu

Untergrundschwankung liefern deshalb die besten Ergebnisse (zum Beispiel Film 24). Die Ergebnisse der Profilsynthese in dieser Arbeit lassen den Schluß zu, daß für spannungsfreie Filme als untere Grenze eine Schichtdicke von $1800 \text{ \AA}$ angenommen werden muß. Light und Wagner (12) geben bei der Untersuchung von Silberfilmen als untere Grenze für die Profilsynthese eine Schichtdicke von $1500 \text{ \AA}$ an.

4. Einfluß des Eichpräparates

Bei der Profilsynthese wird zur Korrektur des instrumentellen Einflusses auf die Linienbreite nicht nur die Linienbreite des Eichpräparates, sondern der gesamte Verlauf des Profils benötigt. Gitterstörungen im Eichpräparat beeinflussen jedoch das Linienprofil und damit die Fourierkoeffizienten des Eichpräparates. Das hat eine Beeinflussung der Fourierkoeffizienten bzw. der Linienform des physikalischen Linienprofils zur Folge. Insgesamt erfordert die Profilsynthese hohe Sorgfalt und größte Genauigkeit bei der Vermessung des Eichpräparates und der aufgedampften Kupferfilme.

5.4. Auswertung der Fourierkoeffizienten nach Warren-Averbach

Nach den Ausführungen in Abschnitt 3.3. läßt sich das Beugungsprofil eines Reflexes als Fourierreihe darstellen. Warren und Averbach konnten zeigen, daß die Fourierkoeffizienten Aussagen über den Realbau des Gitters gestatten. Sie gingen von den nach Stokes ermittelten Fourierkoeffizienten aus und berücksichtigten, daß gemäß Gl. (11) im reziproken Gitter das Profil als Funktion der Variablen $h_3 = 2a_3(\sin\theta)/\lambda$ definiert ist. Dabei ergab sich folgendes:

Der Meßbereich des experimentellen Linienprofils sei $2\theta_1 < 2\theta_M < 2\theta_2$, wobei $2\theta_M$ die Winkellage des Reflexmaximums bedeutet und $2\theta_1$ bzw. $2\theta_2$ den beidseitigen Intervallgrenzen in der 2θ -Skala entsprechen. Für diesen Meßbereich muß die Bedingung

$$\sin\theta_M - \sin\theta_1 = \sin\theta_2 - \sin\theta_M$$

gelten, was im reziproken Gitter einer zum Reflexmaximum $2\theta_M$ symmetrischen Intervalllänge

$$2(\sin\theta_2)/\lambda - 2(\sin\theta_1)/\lambda = \frac{1}{a_3} \quad (33)$$

entspricht. In dieser Gleichung bedeutet a_3 eine zunächst noch frei wählbare Konstante.

Durch geeignete Festlegung der Konstanten erreicht man, daß an den Intervallgrenzen die Variable h_3 den Wert $\pm 1/2$ annimmt. Daraus ergibt sich für die Größe a_3 die Berechnungsvorschrift

$$2a_3(\sin\theta_2 - \sin\theta_M)/\lambda = 1/2 \quad (34)$$

In dem derart definierten Intervall werden die Fourierkoeffizienten A_n und B_n sowohl für das Meßprofil als auch für das Eichprofil des jeweiligen Reflexes bestimmt.

Der Übergang zu dem in Gl. (20) definierten Index L wird dadurch erreicht, daß man jeden Index n der Fourierkoeffizienten mit dem aus Gl. (34) berechneten Wert a_3 multipliziert. Die auf diese Weise erhaltenen und auf Eins normierten Cosinuskoeffizienten A_L wurden für den (111)-

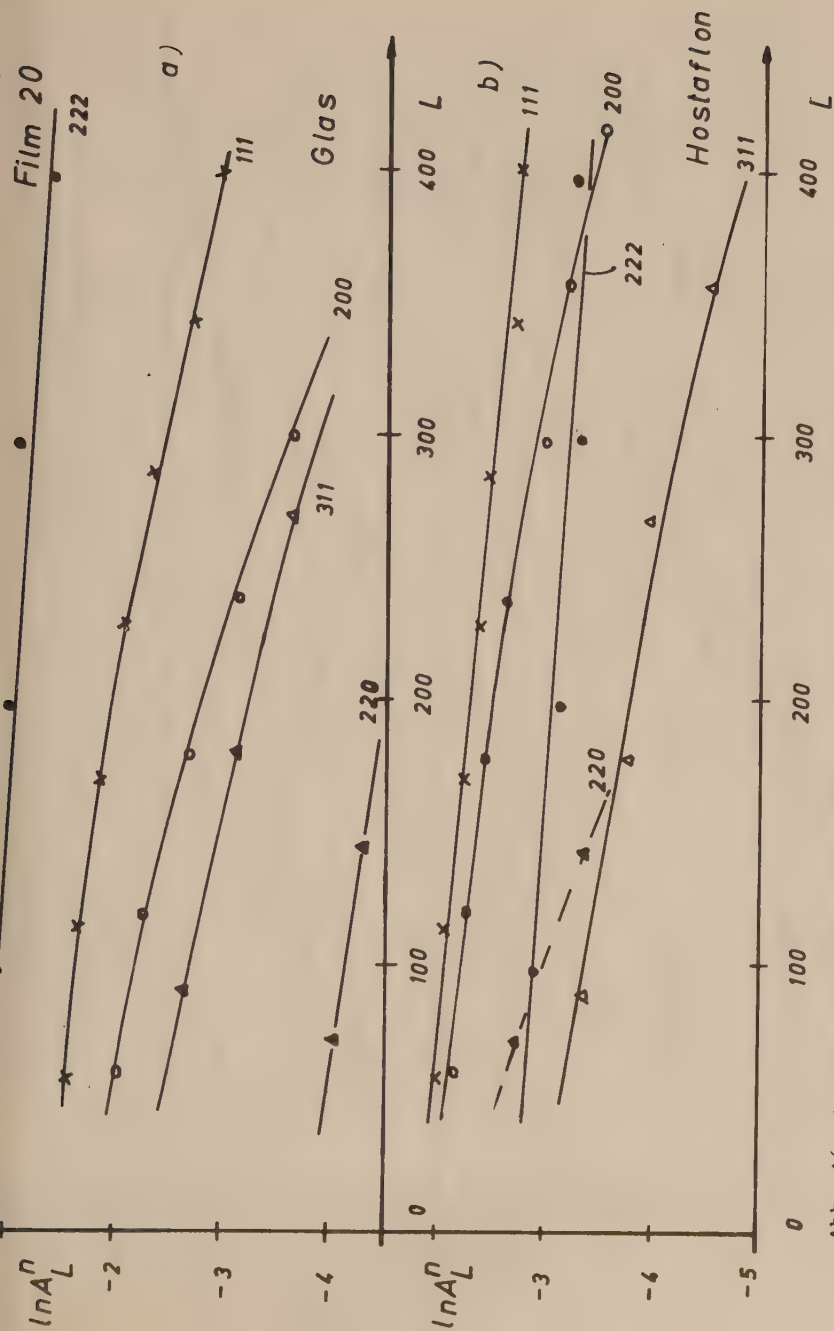


Abb. 16 Auftragung von $\ln A_L$ gegen L für Film 20; a) System Kupfer/Glas
b) System Kupfer/Hostafion

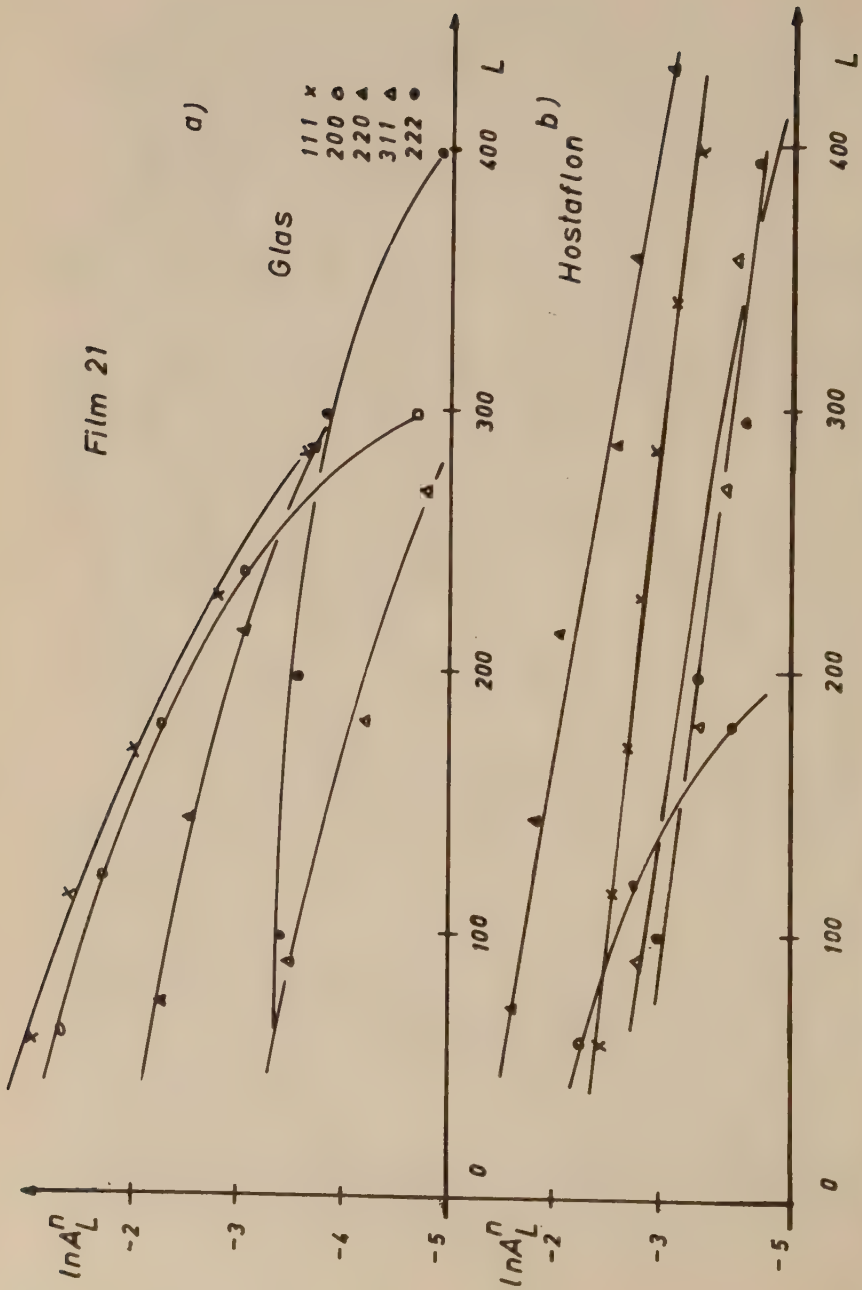


Abb. 17 Auftragung von $\ln A_L^n$ gegen L für Film 21; a) System Kupfer/Glas
b) System Kupfer/Hostaflon



Abb. 18 Auftragung von $\ln A_L^P$ gegen L für Film 20; a) System Kupfer/Glas
b) System Kupfer/Hostafion

(200)-, (311)- und (222)-Reflex verschieden dicker Filme berechnet und gegen L aufgetragen. Die Abb. 16,17,18 bringen Beispiele für eine solche Auftragung.

Nach den Ausführungen in Abschnitt 3.3. ermöglicht die Auftragung von $\ln A_L$ gegen $h_o^2 = h^2 + k^2 + l^2$ eine Trennung der Überlagerung von Teilchengrößeneinfluß und des Einflusses von Gitterverzerrungen auf die Linienform des Reflexes. Für Reflexe derselben Netzebenenschar aber verschiedener Ordnung liefert diese Auftragung im Bereich kleiner Werte für h_o^2 eine Gerade. Abb. 19,20,21 zeigen die den Abb. 16,17 und 18 entsprechende Auftragung von $\ln A_L(h_o)$ gegen h_o^2 .

Aus den Schnittpunkten dieser Geraden mit den Ordinaten erhält man die Teilchengrößenkoeffizienten A_L^S .

Trägt man diese Werte gegen L auf und extrapoliert auf den Wert $A_L^S = 0$, so erhält man direkt die Teilchengröße D . D ist hier eine mittlere, effektive Teilchengröße, die noch durch Stapelfehler, nicht aber von Verzerrungen beeinflusst wird. Beispiele für diese graphische Bestimmung der Teilchengröße sind in den Abb. 22a-c dargestellt.

Die Steigungen der Geraden in den Abb. 19,20,21 gestatten die Berechnung der Spannungen in den Filmen. Aus Gl. (21) ist zu entnehmen, daß die mittleren Quadrate der Spannungen in den Filmen um so größer sind, je stärker die Neigung der Geraden ist. In den Abb. 23 und 24 sind die Quadratwurzeln der mittleren Spannungsquadrate $\langle \epsilon_L^2 \rangle$ für verschiedene Filme in Abhängigkeit von L und der Unterlage dargestellt.

Die Bestimmung der Teilchengrößen und der Spannungen ist bei den vorliegenden Messungen nur für Kristallite mit (111)-Netzebenen parallel zur Unterlage möglich, da nur zu dem (111)-Reflex die nächste Ordnung, der (222)-Reflex, vermessen werden konnte. Für die Bestimmung von Teilchengrößeneinfluß und Spannungen sind jedoch nach (29,30) mindestens zwei Reflexordnungen nötig.

Aus Größe und Verlauf der Fourierkoeffizienten $A_L(h_o)$ lassen sich jedoch allgemeine Rückschlüsse auf den Ordnungs-

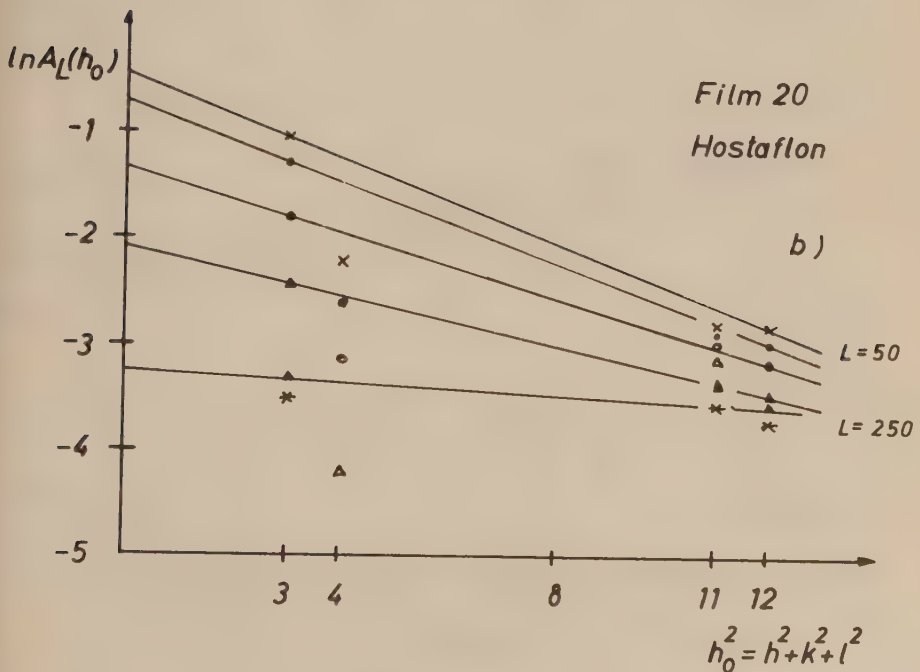
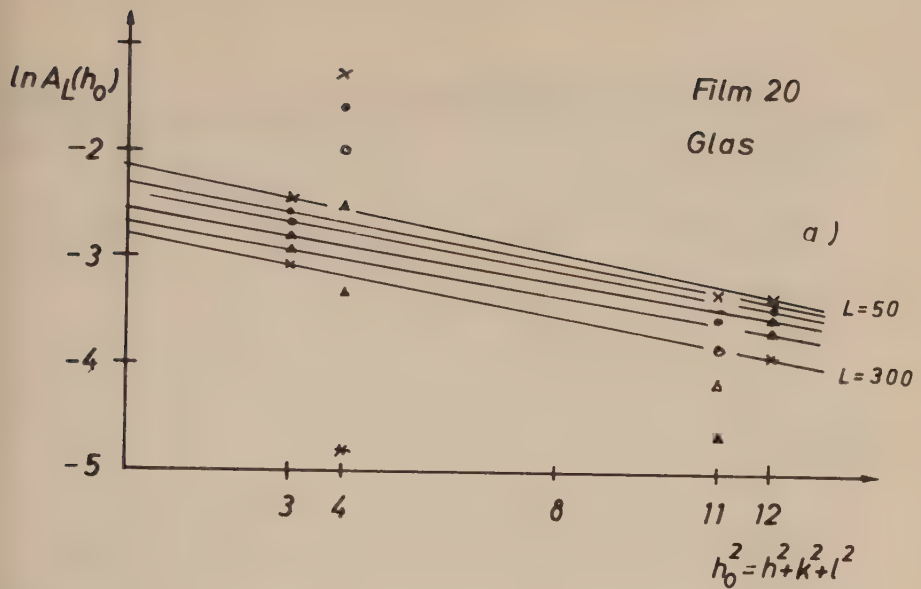


Abb 19 Auftragung von $\ln A_L(h_0)$ gegen h_0^2 für Film 20
a) System Kupfer/Glas
b) System Kupfer/Hostaflon

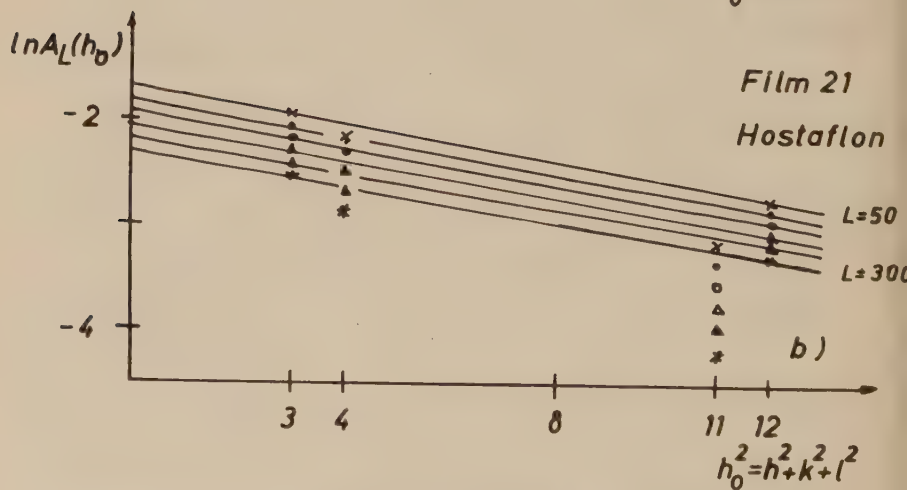
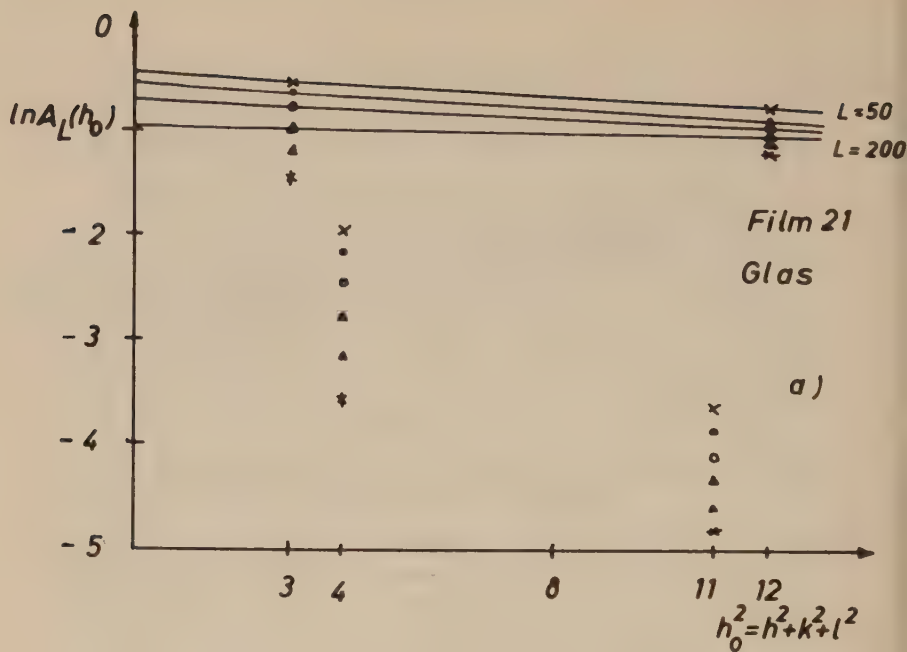


Abb. 20 Auftragung von $\ln A_L(h_0)$ gegen h_0^2 für Film 21
 a) System Kupfer/Glas
 b) System Kupfer/Hostaflon

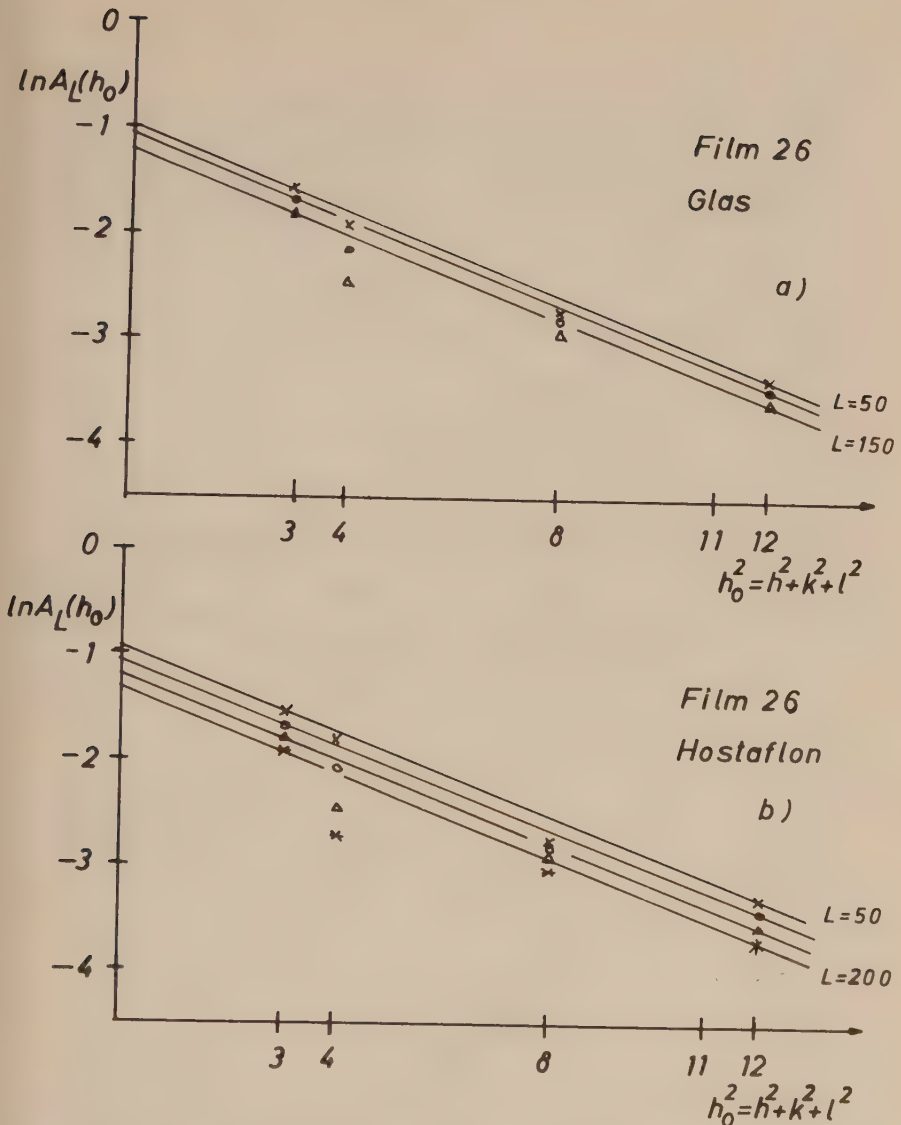


Abb. 21 Auftragung von $\ln A_L(h_0)$ gegen h_0^2 für Film 26
a) System Kupfer/Glas
b) System Kupfer/Hostaflon

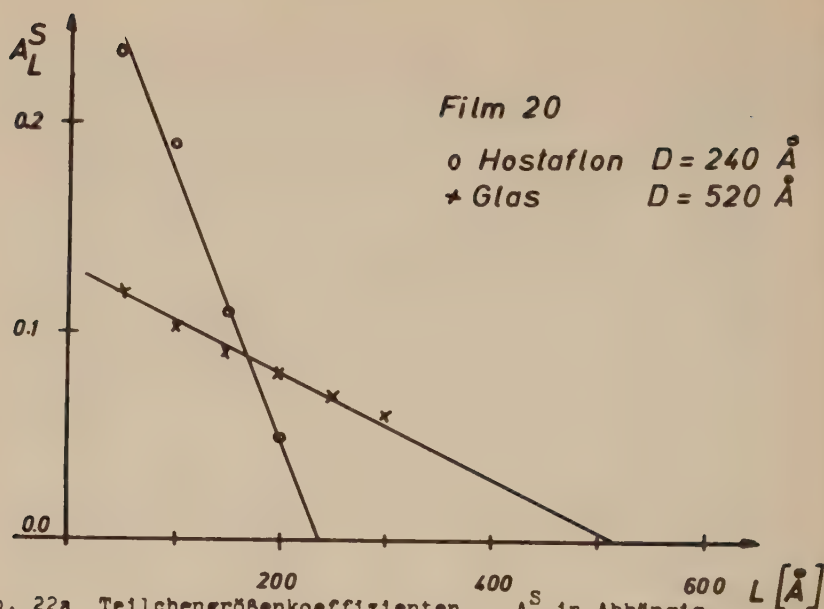


Abb. 22a Teilchengrößenkoeffizienten A_L^S in Abhängigkeit von der Meßgröße L für den Film 20

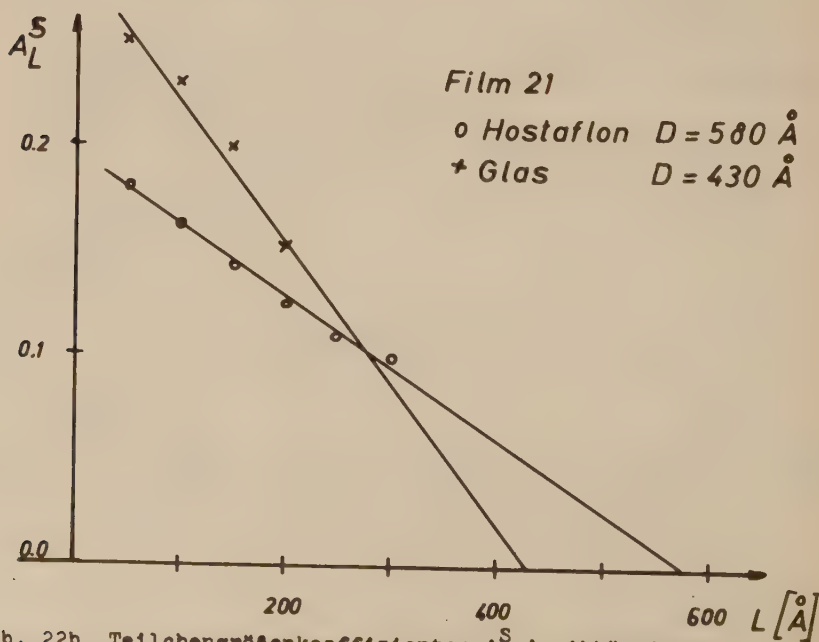


Abb. 22b Teilchengrößenkoeffizienten A_L^S in Abhängigkeit von der Meßgröße L für Film 21

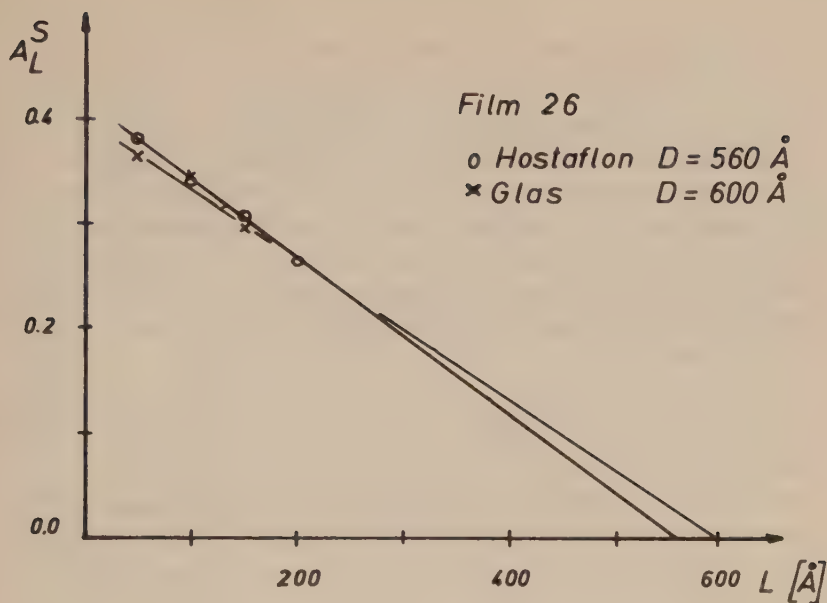


Abb. 22c Teilchengrößenkoeffizienten A_L^S in Abhängigkeit von der Meßgröße L für Film 26

und Spannungszustand der Filme ziehen.

Aus den Abb. 19,20,21 ist zu entnehmen, daß mit steigendem L die Achsenabschnitte für die Geraden durch die Werte des (111)- und (222)-Reflexes abnehmen. Nehmen diese Achsenabschnitte $\ln A_L^S$ nur um kleine Beträge ab, so ergibt sich auch eine langsame Abnahme der Teilchengrößenkoeffizienten A_L^S in der Auftragung gegen L . Das führt zu großen Kristallitgrößen. Eine Abnahme der Achsenabschnitte $\ln A_L^S$ um große Beträge führt entsprechend zu kleinen Kristallitgrößen.

Die in den Abb. 19,20,21 ebenfalls eingetragenen Werte für die (200)- und (311)-Reflexe liegen nicht auf der Geraden durch die Werte für den (111)- und (222)-Reflex. Für Kristallite mit (200)-, (220)- oder (311)-Netzebenen parallel zur Unterlage ergeben sich deshalb andere Achsenabschnitte $\ln A_L^S$ und andere Steigungen. Das bedeutet, daß die Kristallite mit (200)-, (220)- oder (311)-Netzebenen parallel zur Unterlage unterschiedliche Abmessungen und auf Grund der verschiedenen Geradensteigungen unterschiedliche Spannungen aufweisen. Die Warren-Averbach-Methode führt also auch zu dem Schluß (vgl. Abschnitt 5.3.), daß die Kristallitgrößen und die Spannungen orientierungsabhängig sind.

In Tab. 7 sind für verschiedene Filme die nach den beschriebenen Auswertverfahren ermittelten Werte für die Teilchengrößen zusammengestellt.

Auffallend an Tab. 7 sind die quantitativen Unterschiede in den Teilchengrößen, die mit Hilfe der verschiedenen Methoden berechnet wurden. Die mit der Warren-Averbach-Methode ermittelten Teilchengrößen sind wesentlich kleiner als die mit der Methode nach Alexander und auch noch kleiner als die mit der Profilsynthese ermittelten Werte. Zu dem Befund überraschend kleiner Werte für die Teilchengrößen mit der Warren-Averbach-Methode kommen auch McKeehan und B.E. Warren u.a. (40,41). Diese Autoren erklären ihre Ergebnisse mit dem Hinweis, daß eine merk-

Tab. 7: Vergleich der aus den (111)-Reflexen ermittelten Kristallitgrößen nach den verschiedenen Auswertverfahren

Film-Nr.	Unterlage	Filmdicke λ	D_{111} (Alexander) λ	D_{111} (Stokes) λ	D_{111} (Warren-Averbach) λ
20	Glas	1460	1850	715	520
	Hostaflon	1600	1408	442	240
21	Glas	2440	2435	775	430
	Hostaflon	2565	2560	763	580
22	Glas	3540	3630	695	460
	Hostaflon	3540	2170	660	315
24	Glas	6820	4810	1489	1300
	Hostaflon	6820	3740	1111	740
25	Glas	3800	3450	1754	700
	Hostaflon	3800	3040	650	615
26	Glas	3140	3540	1542	600
	Hostaflon	3140	1580	1497	560

liche Verkleinerung der Teilchengröße dadurch zustande kommen kann, daß durch Gleit- oder Versetzungsebenen eine zusätzliche Aufteilung der Kristallite in kleinere Bezirke erfolgt, die inkohärent zueinander die Röntgenstrahlung streuen. Die mit den Verfahren von Warren-Averbach ermittelten Teilchengrößen müssen somit als mittlere Abstände zwischen Gleit- bzw. Versetzungsebenen interpretiert werden.

Die Teilchengrößenkoeffizienten A_L^S und die sich daraus ergebenden Werte für D enthalten aber noch den Einfluß von Stapelfehlern. Hierdurch werden die in Abschnitt 5.2. bei der Deutung der Gitterkonstantenänderungen gefolgerten Stapelfehler weitgehend bestätigt.

Vergleicht man in Tab. 7 die Ergebnisse für die beiden Systeme Kupfer/Glas und Kupfer/Hostafilon, so erkennt man, daß die Teilchengrößen beim System Kupfer/Hostafilon kleiner als die beim System Kupfer/Glas sind. Damit kommt man mit der Methode von Warren-Averbach qualitativ zu den gleichen Ergebnissen wie in Abschnitt 5.3. bei der Berechnung der Kristallitgrößen nach Alexander oder bei der Ermittlung der Teilchengröße mit Hilfe der Profilsynthese. Eine Ausnahme macht lediglich der Film Nr. 21.

Quantitative Aussagen über die in den Filmen vorhandenen Spannungen erhält man durch Auswertung der Steigung der Geraden in der Auftragung $\ln A_L(h_o)$ gegen h_o^2 (Gl. 21). Liegen die Werte $\ln A_L(h_o)$ für alle Werte von h_o^2 auf einer zu einem festen Wert L gehörenden Geraden, so bedeutet das, daß die Spannungen in allen verschiedenen orientierten Kristalliten die gleichen sind. Wie aus den Abb. 19, 20, 21 zu entnehmen ist, ist das bei den vorliegenden Messungen nicht der Fall. Kupferfilme befinden sich also in einem anisotropen Spannungszustand. Diese Ergebnisse der Warren-Averbach-Analyse der Fourierkoeffizienten bestätigen somit qualitativ die in Abschnitt 5.2. gemachten Aussagen über die Existenz von orientierungsabhängigen, thermisch induzierten Spannungen.

Aufgedampfte Kupferfilme verhalten sich somit anders

als zum Beispiel kaltverformtes Wolfram oder thoriertes Wolfram wie C.S. Smith und E.E. Stickley (43) bzw. M. McKeehan und B.E. Warren (40) ebenfalls mit Hilfe der Warren-Averbach-Methode feststellten. In diesen Arbeiten liegen die Werte für $\ln A_L(h_0)$ für jeweils verschiedene Werte für h_0^2 näherungsweise alle auf einer Geraden, was gleichbedeutend mit einem isotropen Spannungszustand ist. Dagegen berichtet A. Seegmüller (20) von einem anisotropen Spannungszustand in aufgedampften, $3 \cdot 10^4 \text{ \AA}$ dicken Nickelfilmen.

In den Abb. 23, 24 sind die nach Gl. (21) berechneten Quadratwurzeln der mittleren Spannungsquadrate gegen die Länge L aufgetragen. Aus dem Verlauf der Kurven muß geschlossen werden, daß im Film die Spannungen mit zunehmender Länge L abnehmen und innerhalb Schichten von etwa $150 \text{ \AA}$ im wesentlichen abgebaut sind. Das bedeutet, daß große Bezirke im Mittel kleinere Spannungen aufweisen. Dieser Befund trifft offensichtlich für beide Systeme zu. Der starke Abfall von $\langle \epsilon_L^2 \rangle$ für kleine L muß als Hinweis gedeutet werden, daß die Spannungen im Film sich in Schichten von $25 \text{ \AA}$ Dicke stark ändern.

In Tab. 8 sind für verschiedene Filme die berechneten Quadratwurzeln der mittleren Spannungsquadrate für den Wert $L = 50$ mit den wichtigsten Herstellungsparametern zusammengestellt. Für die Filme Nr. 20, 21, 22 und 26 liegen die Spannungen bei dem System Kupfer/Hostaflon über den Werten des Systems Kupfer/Glas, obwohl die Haftung des Kupfers auf Hostaflon schlechter ist als auf Glas. Da bei dem System Kupfer/Hostaflon kleinere Kristallitgrößen gefunden wurden, könnte daraus der Schluß gezogen werden, daß in kleinen Kristalliten größere Spannungen vorliegen als in großen Kristalliten.

Abb. 25 zeigt eine Auftragung der Spannungswerte für $L = 50$ in Abhängigkeit von der Schichtdicke d . Dieser Abbildung ist zu entnehmen, daß für Schichtdicken unterhalb $3000 \text{ \AA}$ in Kupferfilmen auf Glasunterlage niedrigere Spannungen vorliegen als in Kupferfilmen auf Hostaflonunterlage.

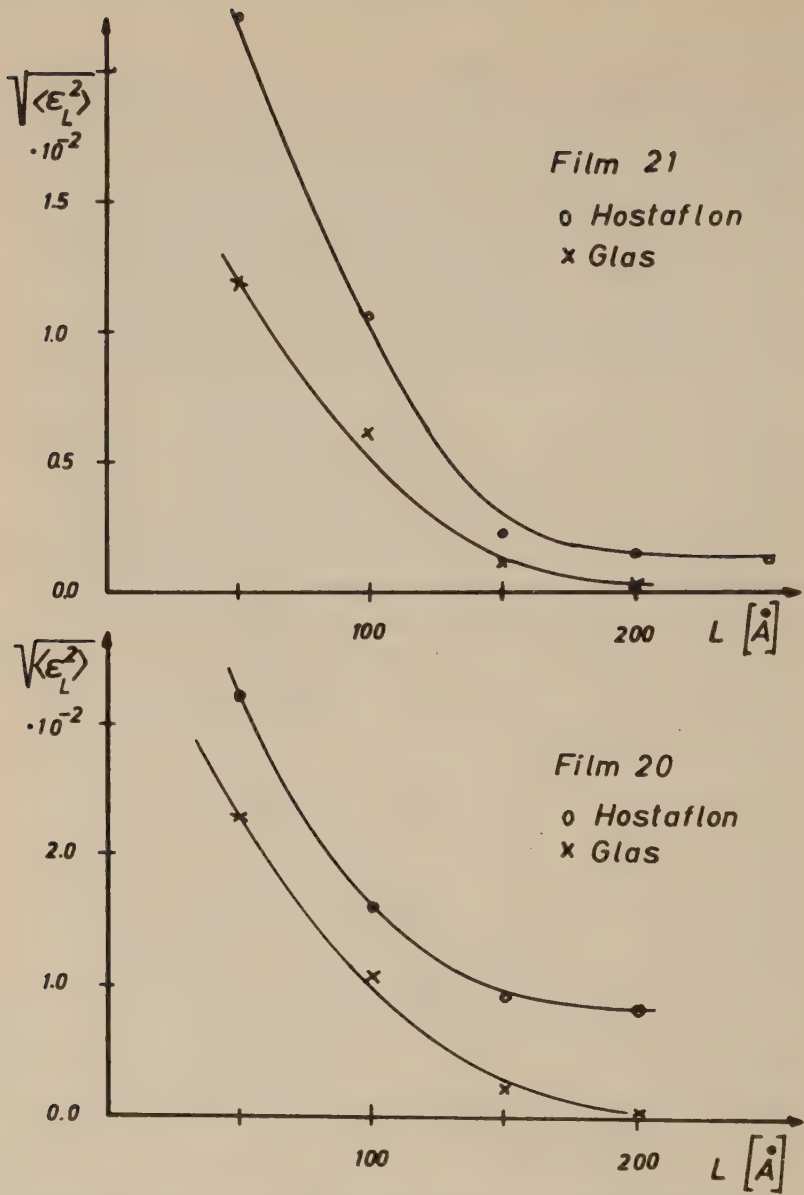


Abb. 23 Quadratwurzeln der quadratischen Mittel der Spannungen in Abhängigkeit von der Meßlänge L für die Filme 20 u. 21 auf Glas- und Hostaflonunterlage

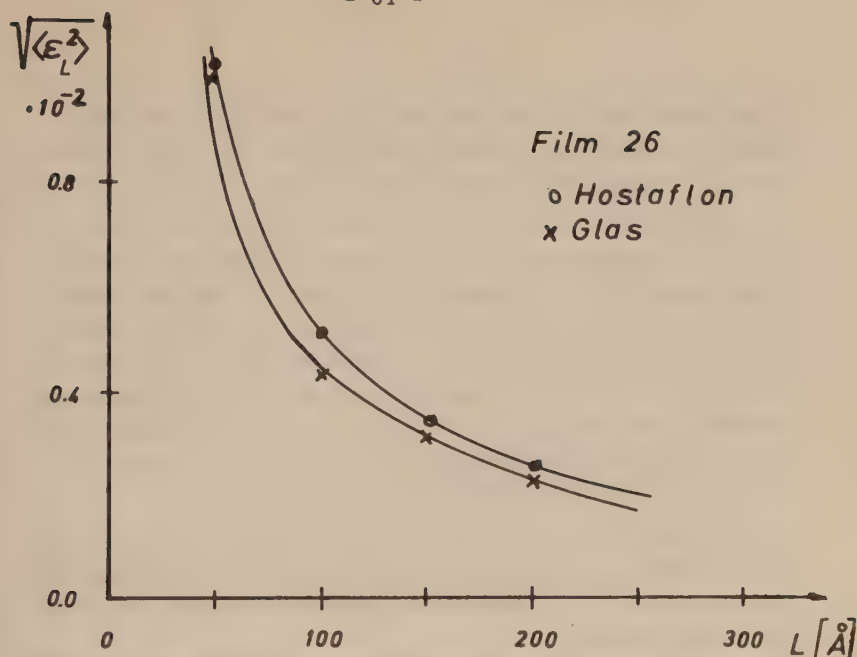


Abb. 24 Quadratwurzeln der quadratischen Mittel der Spannungen ϵ_L in Abhängigkeit von der Meßlänge L für den Film 26 auf Glas- und Hostaflonunterlage

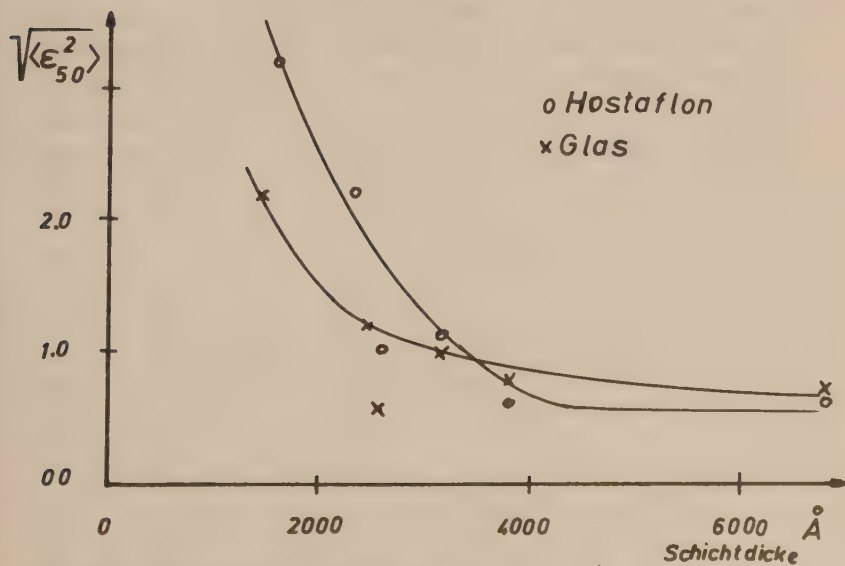


Abb. 25 Schichtdickenabhängigkeit von $\langle \epsilon_{50}^2 \rangle^{1/2}$
 ($\circ$) Hostaflonunterlage
 ($\times$) Glasunterlage

In Filmen mit Schichtdicken $> 3000 \text{ \AA}$ nehmen die Unterschiede zwischen den beiden Systemen ab, und es liegen etwas höhere Spannungen im System Kupfer/Glas vor, die durch die bessere Haftung des Kupfers auf Glas verursacht werden.

Der Einfluß der Temperung läßt sich an den Filmen Nr. 24, 25 und 26 verdeutlichen. Der nichtgetemperte und bei Zimmertemperatur aufgedampfte Film Nr. 26 besitzt größere Spannungen als der etwa gleich dicke, bei 295°K getemperte Film. Die Werte aus Tab. 8 für den sehr dicken und getemperten Film Nr. 24 zeigen außerdem, daß die Spannungen innerhalb der Fehlergrenzen gleich sind. Die großen Spannungen der getemperten Filme Nr. 20, 21 und 22 sind auf die kleinere Schichtdicke zurückzuführen.

Insgesamt scheint die Temperung die Spannungen abzubauen, während das Kristallwachstum nach den Ausführungen von Abschnitt 5.3. oberhalb Raumtemperatur nicht mehr wesentlich zunimmt.

Betrachtet man die ermittelten Werte für die Spannungen $\langle \epsilon_L^2 \rangle^{1/2}$ für $L = 50$ und vergleicht sie mit den von anderen Autoren für kompaktes Material gefundenen, so liegen die in dieser Arbeit angegebenen Werte erheblich darüber. C.N.J. Wagner (45) fand für Kupferfeilspäne die bei 77°K hergestellt und untersucht wurden, Werte für $\langle \epsilon_{50}^2 \rangle^{1/2}$ von $0,34 \cdot 10^{-2}$. Das veranschaulicht noch einmal, daß die Aufdampffilme unter ungewöhnlich hohen Spannungen stehen.

Tab. 8: Die Quadratwurzeln der mittleren Spannungsquadrate in Abhängigkeit von Schichtdicke und Herstellungssparametern für die Systeme Kupfer/Glas und Kupfer/Hostaflon

Film-Nr.	Unterlage	$\epsilon_{50}^{1/2}$	Filmdicke μ	Temperaturstemp. in °K	Temperatur der Unterlage °K
20	Glas	2,2 · 10 ⁻²	1460	495	77
	Hostaflon	3,2 · 10 ⁻²	1600	495	77
21	Glas	1,2 · 10 ⁻²	2440	495	77
	Hostaflon	2,2 · 10 ⁻²	2365	495	77
22	Glas	0,48 · 10 ⁻²	2540	495	77
	Hostaflon	1,01 · 10 ⁻²	2540	495	77
24	Glas	0,69 · 10 ⁻²	6820	495	77
	Hostaflon	0,63 · 10 ⁻²	6820	495	77
25	Glas	0,8 · 10 ⁻²	3800	495	295
	Hostaflon	0,6 · 10 ⁻²	3800	495	295
26	Glas	1,0 · 10 ⁻²	3140	295	295
	Hostaflon	1,15 · 10 ⁻²	3140	295	295

6. Texturuntersuchungen

6.1. Auswertung der Linienintensitäten

Aus den Abb. 14 und 15 und Tab. 6 ergab sich, daß die Kristallite mit (111)-Netzebenen parallel zur Unterlage im Mittel größer waren als die anders orientierten. Das könnte auf eine (111)-Textur hinweisen. Unter Textur soll dabei die von Meyer (46) eingeführte Bezeichnung verwendet werden, wonach eine Textur vorliegt, wenn die Kristallite bevorzugt mit bestimmten Netzebenen parallel zur Unterlage ausgerichtet sind.

Aus Untersuchungen der Linienintensitäten lassen sich Aussagen über das Ausmaß einer bevorzugten Orientierung in den Filmen gewinnen; denn die Intensität ist ein Maß für die Anzahl von Kristalliten in Reflexionsstellung. Unter Intensität eines Beugungsreflexes soll hier die Fläche verstanden werden, die von der Beugungslinie und der Nulllinie eingeschlossen wird. Diese Fläche wurde nach Abtrennung der α_2 -Komponenten im Rahmen des Computerprogramms mitberechnet. Die Linienintensitäten wurden für die Reflexe verschiedener Filme bestimmt, wobei jeweils die Intensität des (111)-Reflexes = 100 % gesetzt wurde (s. Tab. 9). Zum Vergleich wurden die für Kupferpulver gemessenen Werte (47) mit aufgeführt. Bei statistischer Verteilung der Orientierung der Kristallite in den Filmen sollte das Verhältnis der einzelnen Reflexintensitäten das gleiche sein wie für Kupferpulver. Aus Tab. 9 erkennt man, daß für die Kupferfilme die relativen Intensitäten aller höher indizierten Reflexe - zum Teil erheblich - unter den Werten für Kupferpulver liegen, woraus die Existenz einer (111)-Textur gefolgert werden muß. Zu dem Befund einer bevorzugten (111)-Orientierung bei aufgedampften Kupferfilmen kommen auch Vook und Witt (18,49). Andere Arbeiten an kubisch-flächenzentrierten Metallfilmen wie Nickel (14,15), Gold (13,51) und Silber (12,48) zeigen ein gleichartiges Texturverhalten. Von den zitierten Autoren wurden als Ursachen dafür eine merkliche Wanderung von Atomen an der Filmoberfläche (12) und Rekristallisationseffekte genannt.

Tab. 9: Relative Intensitäten ($I_{111} = 100 \%$) für verschiedene (hkl)

Film-Nr.	Unterlage	rel. Reflexintensitäten %				$\frac{I_{111}(\text{Glas})}{I_{111}(\text{Hostaflon})}$		Film- dicke Å	Temperaturtemp. °K
		111	200	220	311	222			
11	Cu-Pulver Glas Hostaflon	100 100 100	47.0 40.7 37.3	26.4 - -	42.9 - -	13.6 - -	1.29	1365 1935	295
12	Glas Hostaflon	100 100	38.2 27.4	- -	- -	- -	2.93	1810 1730	485
16	Glas Hostaflon	100 100	19.6 32.5	- -	- -	- -	4.05	665 650	295
18	Glas Hostaflon	100 100	18.7 31.4	- -	- -	- -	1.55	920 920	485
19	Glas Hostaflon	100 100	- 32.9	- -	4.0 -	1.7 6.3	3.60	2365 2360	295
20	Glas Hostaflon	100 100	24.1 44.2	1.2 1.0	2.2 1.6	1.2 0.9	2.07	1460 1600	485
21	Glas Hostaflon	100 100	26.6 27.0	0.4 2.9	4.7 5.9	3.1 4.5	1.25	2440 2560	485
22	Glas Hostaflon	100 100	32.5 40.1	1.6 6.9	10.9 6.9	7.0 6.4	1.93	3540 3540	485
24	Glas Hostaflon	100 100	28.7 35.4	17.2 17.9	16.33 29.1	8.5 9.4	1.60	6820 6820	485
25	Glas Hostaflon	100 100	13.7 31.0	0.06 0.2	0.78 4.8	8.4 7.6	3.24	3800 3800	485
26	Glas Hostaflon	100 100	7.02 30.1	0.04 8.3	0.02 0.09	5.2 5.3	4.30	3140 3140	295

Die Werte für I_{200}/I_{111} liegen für das System Kupfer/Hostaflonbeschichtung wesentlich näher bei den Werten für Kupferpulver als die Werte des Systems Kupfer/Glas. Das weist darauf hin, daß auf Hostaflon eine wesentlich schwächere Textur vorliegt, die Kristallite also nahezu unorientiert aufwachsen, womit wieder der starke Unterlageneinfluß auf das Wachstum der Kupferfilme ersichtlich wird. Eine Ausnahme machen die Filme 11 und 12 in Tab. 9. Hier handelt es sich nicht um hostaflonbeschichtete Glasplatten, sondern um massive Hostaflonplatten mit den gleichen Abmessungen wie die Glasplatten. Bei diesen Hostaflonplatten muß damit gerechnet werden, daß sie sich während der Herstellung der Filme und durch die Temperung deformieren und deshalb zu undefinierten Untersuchungsbedingungen führen.

An den Verhältnissen der Intensitäten der (111)-Reflexe der beiden Systeme $I_{111}(\text{Glas})/I_{111}(\text{Hostaflon})$ kann man in Tab. 9 deutlich erkennen, daß der Orientierungsgrad der Kristallite mit (111)-Netzebenen parallel zur Unterlage auf Glasunterlagen höher ist als auf Hostaflonunterlagen. Das macht sich besonders stark bemerkbar bei den nur bei Raumtemperatur getemperten Filmen 16 und 19. Durch die Temperung erfolgt dann ein stärkerer Angleich an die Werte des Systems Kupfer/Glas. Der Befund in Abschnitt 5.3., daß sich auf Hostaflonunterlagen in der Regel kleinere Kristallite ausbilden als auf Glasunterlagen, wird auf Grund der vorliegenden Intensitätsverhältnisse ergänzt durch die Aussage, daß die Kristallite auf Hostaflonunterlagen auch in geringerem Maße orientiert aufwachsen als auf Glasunterlagen.

Weitere Aussagen über die Temperungsabhängigkeit der Textur werden in Abschnitt 6.2. bei den Untersuchungen mit einem Texturanalysator gemacht.

6.2. Untersuchungen im Texturanalysator

Die Auswertung der Linienintensitäten erfaßt jedoch nur Kristallite, deren Netzebenen parallel oder nahezu

parallel zur Unterlage angeordnet sind. In diesem Fall haben die Normalen der Netzebenen die gleiche Richtung wie die Faserachse, die senkrecht zur Unterlagenebene steht. Im allgemeinen ist jedoch zu erwarten, daß die Netzebenennormale nicht genau mit der Faserachse zusammenfällt, die Textur also eine gewisse Streuung besitzt. Aufschluß über das Ausmaß dieser Streuungen erhält man durch Untersuchungen mit einem Texturanalysator. Die Wirkungsweise des Texturanalysators soll mit Hilfe von Abb. 26a verdeutlicht werden.

Der Strahlengang ist der gleiche wie bei der Fokussierungsanordnung nach Bragg-Brentano. Zusätzlich wird jedoch die Probe bei festgehaltener Reflexionsstellung um die Achse D aus der Ebene OAB um den Winkel α herausgedreht, d.h. die Normale N der Probe bildet den Winkel α mit der Ebene RR'. Das bedeutet, daß in dieser Stellung alle Kristallite in Reflexionsstellung kommen, deren Netzebenen um den Winkel α zur Unterlage geneigt sind. Gleichzeitig läßt sich der Film noch um seine Normale N' drehen, so daß auch die Orientierung der Kristallite in der Filmebene untersucht werden kann. Die reflektierte Strahlintensität wird mit einem Zählrohr in R' gemessen und auf einer Schreibereinheit aufgezeichnet. Auf diese Weise wird die Probe im Winkelbereich von $-90^\circ < \alpha < +90^\circ$ vermessen. Anschließend wird der eingestellte Beugungswinkel um $\Delta\theta = 0,75^\circ$ geändert und der α -Bereich zur Bestimmung des Untergrundes noch einmal durchfahren. Man erhält dadurch genaue Texturprofile, die die in Abb. 26b dargestellte schematische Form haben.

Die charakteristischen Größen solcher Texturprofile sind:

Δ_h = Halbwertsbreite des Hauptmaximums

α_N = Winkellage der Nebenmaxima

V = Verhältnis der Maxima von Neben- zu Hauptpeak

Die Nebenmaxima treten auf, wenn die Kristallite um den Winkel α aus der Nullage ($\alpha = 0^\circ$) herausgekippt sind, der dem Winkel zwischen verschiedenen indizierten Netzebenen entspricht. So beträgt der Winkel zwischen zwei (111)-Ebenen

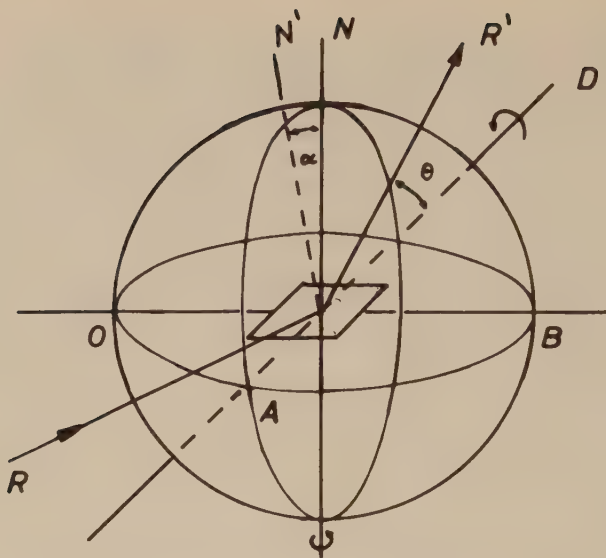


Abb. 26a Strahlengang im Texturanalysator

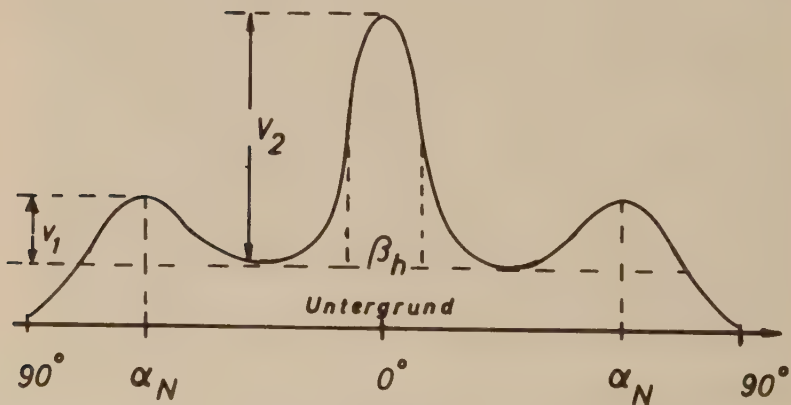


Abb. 26b Texturprofil schematisch

β_h = Halbwertsbreite des Hauptmaximums

α_N = Winkellage der Nebenmaxima

$V = v_2/v_1$

eines Kupferkristallits $\alpha_{111/111} = 70,53^\circ$ oder zwischen einer (100)-Ebene und einer (111)-Ebene $\alpha_{111/100} = 54,73^\circ$ (50). Als Ordinate ist stets der Ausdruck $I \cdot \cos\alpha$, als Abszisse der Winkel α aufgetragen. Der Faktor $\cos\alpha$ berücksichtigt dabei, daß die effektive Schichtdicke winkelabhängig ist. Die Halbwertsbreite β_h ist die Größe, die die Streuung der Textur beschreibt.

Es zeigte sich, daß nur die (111)- und (200)-Reflexe für eine Diskussion brauchbare Texturprofile lieferten. Auf die Untersuchung von (311)-, (220)- oder (222) Texturprofilen mußte aus Intensitätsgründen verzichtet werden.

6.2.1. Texturprofile des (111)-Reflexes

Aus Tab. 9 konnte man entnehmen, daß die Werte für I_{200}/I_{111} bei beiden Systemen im Bereich von 13,7 bis 44,2 % - also wesentlich niedriger als für Kupferpulver (47,0 %) - liegen. Deshalb wurde vermutet, daß eine (111)-Textur vorliegt. Den Nachweis liefern Aufnahmen der (111)-Texturprofile mit dem Texturanalysator. Dabei ergab sich, daß die (111)-Textur überlagert war von einer deutlichen (200)-Textur, die sich durch eine Aufsattelung im Texturprofil des (111)-Reflexes bemerkbar machte (s. Abb. 32a). Diese zusätzliche Intensitätskomponente bei $\alpha_N \approx 55^\circ$ wird von der Reflexion an den (111)-Netzebenen der Kristallite hervorgerufen, die mit ihren (200)-Netzebenen innerhalb einer gewissen Streuung parallel zur Unterlage ausgerichtet sind. Wegen dieser Überlagerung ist die Auswertung der Texturprofile nur nach der Größe β_h sinnvoll. In Tab. 10 sind die Werte für β_h zusammengestellt. Die Werte für α_N sind ebenfalls mit angegeben, doch kann man wegen der geschilderten Überlagerung nicht erwarten, daß diese bei den theoretischen Werten ($\alpha_{111/111} = 70,53^\circ$, $\alpha_{111/100} = 54,73^\circ$) liegen.

Vergleicht man die Halbwertsbreiten β_h der (111)-Texturprofile des Systems Kupfer/Glas mit den Werten des Systems Kupfer/Hostaflon, so stellt man fest, daß bei allen Fällen der Tab. 10 die Werte für das System Kupfer/Hostaflon über

Tab. 10: Texturparameter, Temperungstemperatur und
Schichtdicke verschiedener Filme

Film-Nr.	Unterlage	hkl	α_h°	α_N°	Temp. temp. TT°K	Film- o dicke A
11	Glas	111	27	50	295	1365
		200	47	43		
	Hostaflon	111	+	+	295	1935
		200	+	+		
12	Glas	111	24	53	485	1810
		200	22	50		
	Hostaflon	111	64	52	485	1730
		200	+	+		
16	Glas	111	16	62	295	665
		200	33	53		
	Hostaflon	111	+	+	295	650
		200	+	+		
18	Glas	111	16	70	485	920
		200	20	55		
	Hostaflon	111	51	55	485	920
		200	+	+		
19	Glas	111	19.5	52	295	2365
		200	29	55		
	Hostaflon	111	34	55	295	2365
		200	44	53		
20	Glas	111	23.5	55	485	1460
		200	25.5	52		
	Hostaflon	111	+	+	485	1600
		200	+	+		
21	Glas	111	18	69	485	2440
		200	26	55		
	Hostaflon	111	35	60	485	2560
22	Glas	111	40	52	485	3540
		200	47	50		
	Hostaflon	111	52	58	485	3540
23	Glas	111	23	52	485	665
		200	30	51		

denen des Systems Kupfer/Glas liegen. Das bedeutet, daß die Kristallite auf Hostaflon im Vergleich zur Glasunterlage relativ regellos orientiert sind. Dies äußerte sich auch darin, daß bei den meisten der für das System Kupfer/Hostaflon vermessenen Texturprofile keine ausgeprägten Maxima auftraten, also keinerlei Textur festzustellen war (s. Abb. 28b). Solche Fälle sind in Tab. 10 mit + gekennzeichnet.

Aus den Abbildungen 27 und 32 ist die Überlagerung von (111)- und (200)-Textur besonders deutlich zu erkennen. Die vorhandene (200)-Textur verursacht bei den (111)-Texturprofilen ein Maximum, das theoretisch bei $\alpha_{200} = 54,8^\circ$ liegen sollte. Diese Überlagerung macht sich dadurch bemerkbar, daß der α_N -Wert für den Nebenpeak der (111)-Textur mit zunehmender (200)-Textur zu kleineren Werten verschoben wird und die V-Werte (s. Abb. 26b) nicht mehr die (111)-Textur, sondern die Überlagerung beider Texturen beschreiben. Deshalb wurde auf eine Auswertung der V-Werte verzichtet.

6.2.2. Texturprofile des (200)-Reflexes

Die aus den Texturprofilen der (111)-Reflexe postulierte Existenz einer (200)-Textur kann unmittelbar nachgewiesen werden durch die Aufnahme der (200)-Texturprofile. Dies gelingt, wenn man den Texturanalysator auf den Beugungswinkel des (200)-Reflexes fest einstellt ($2\theta = 59,35^\circ$) und wieder die Intensität als Funktion von α aufnimmt. Die auf diese Art gewonnenen Profile sind in den Abbildungen 27, 29, 30, 31 für verschiedene Filme dargestellt. Im (200)-Texturprofil müßten im Fall starker (111)-Textur bei $\alpha_N = 54,8^\circ$ stark ausgeprägte Maxima erscheinen, die von allen (200)-Netzebenen der Kristallite verursacht werden, deren (111)-Netzebenen parallel zur Unterlage orientiert sind. Die Nebenmaxima müßten in diesem Fall höher als das Hauptmaximum sein. Liegt eine zur (111)-Textur vergleichbar starke oder stärkere (200)-Textur vor, so müßten die Nebenmaxima des (200)-Texturprofils gleich oder kleiner

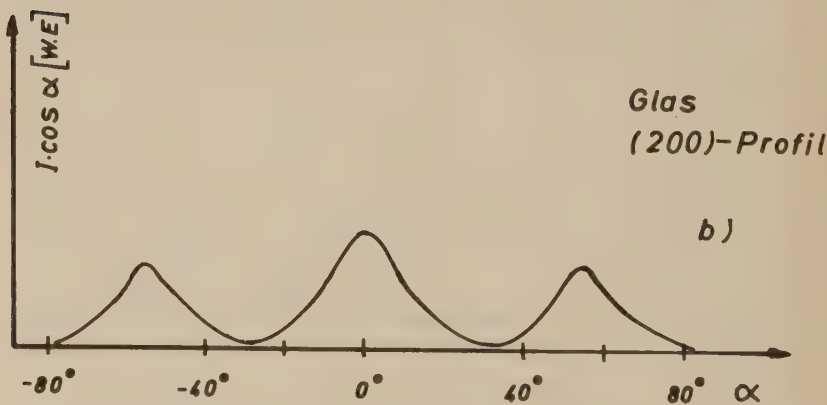
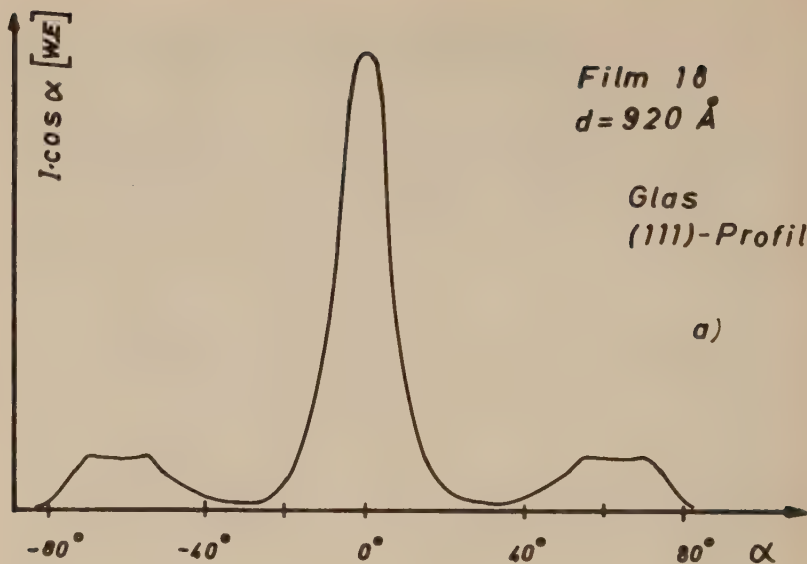


Abb. 27a Texturprofil des (111)-Reflexes für das System Kupfer/Glas, Film 18, TT = 485°K, d = 920 Å

Abb. 27b Texturprofil des (200)-Reflexes für das System Kupfer/Glas, Film 18, TT = 485°K, d = 920 Å

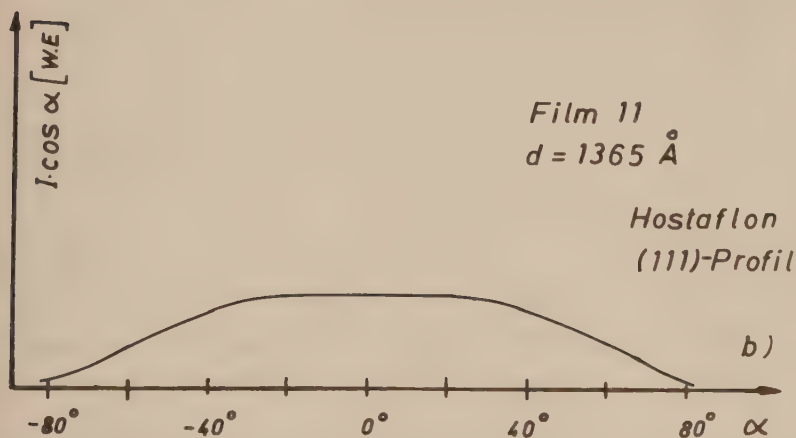
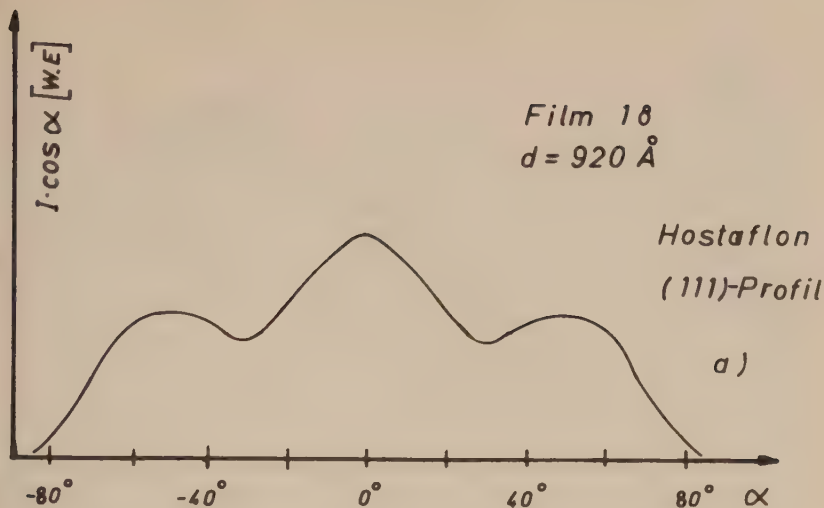


Abb. 28a Texturprofil des (111)-Reflexes für das System Kupfer/Hostaflon, Film 18, $TT = 485^{\circ}\text{K}$, $d = 920 \text{ \AA}$

Abb. 28b Texturprofil des (111)-Reflexes für das System Kupfer/Hostaflon, Film 11, $TT = 295^{\circ}\text{K}$, $d = 1365 \text{ \AA}$

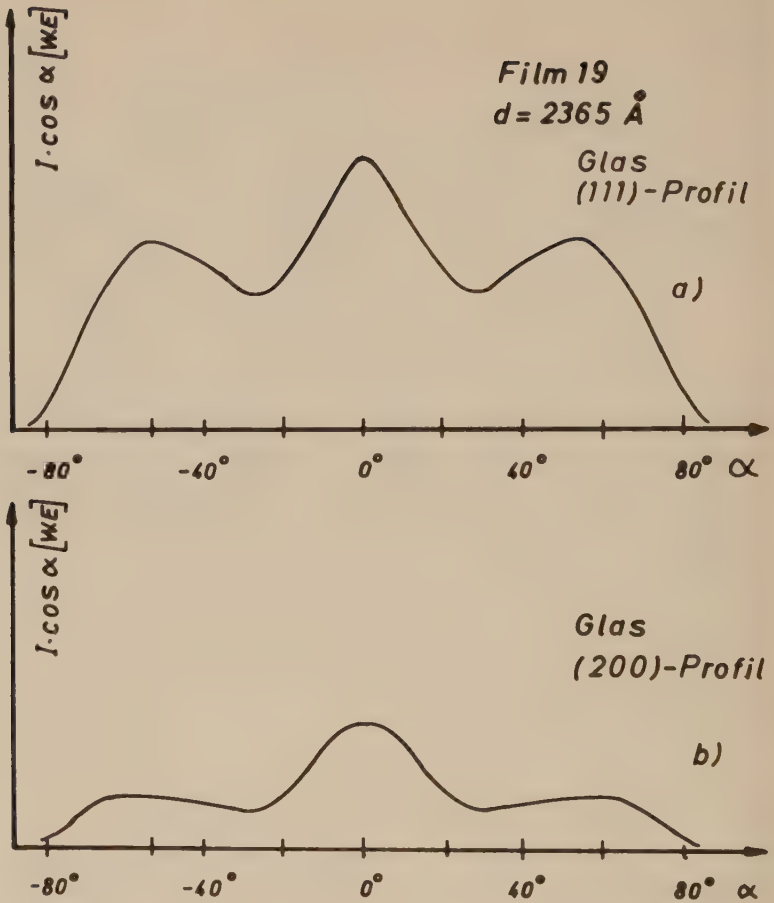


Abb. 29a Texturprofil des (111)-Reflexes für das System Kupfer/Glas, Film 19, $TT = 295^\circ\text{K}$, $d = 2365 \text{ \AA}$

Abb. 29b Texturprofil des (200)-Reflexes für das System Kupfer/Glas, Film 19, $TT = 295^\circ\text{K}$, $d = 2365 \text{ \AA}$

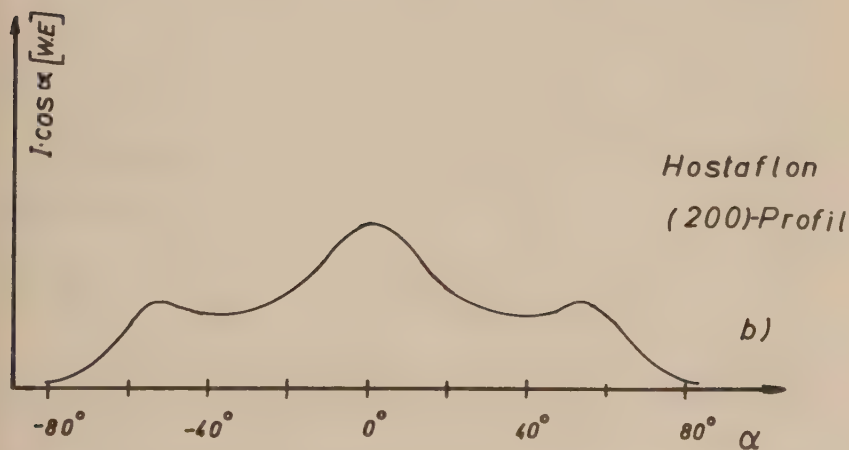
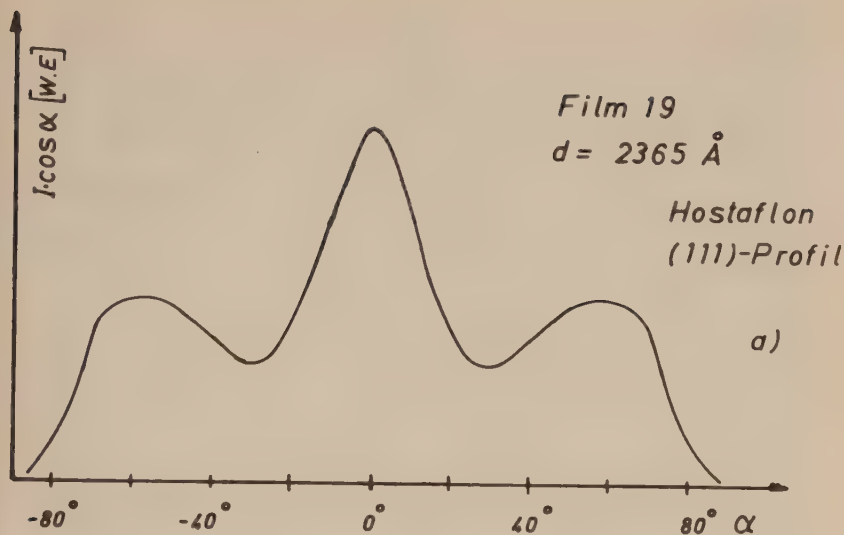


Abb. 30a Texturprofil des (111)-Reflexes für das System Kupfer/Hostaflon, Film 19, TT = 295°K , $d = 2365 \text{ \AA}$

Abb. 30b Texturprofil des (200)-Reflexes für das System Kupfer/Hostaflon, Film 19, TT = 295°K , $d = 2365 \text{ \AA}$

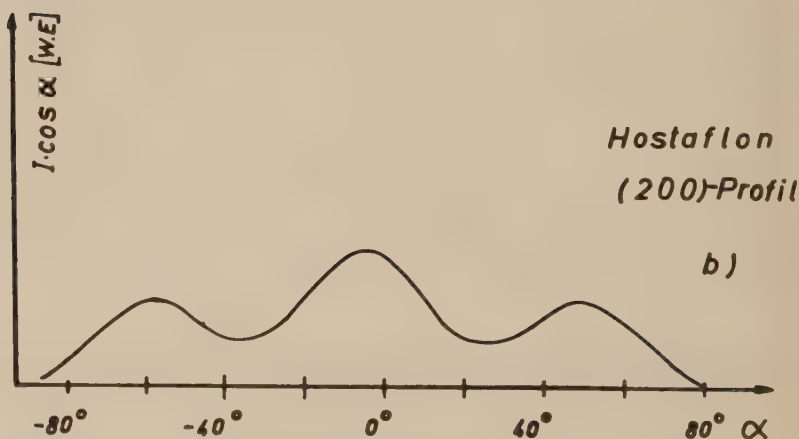
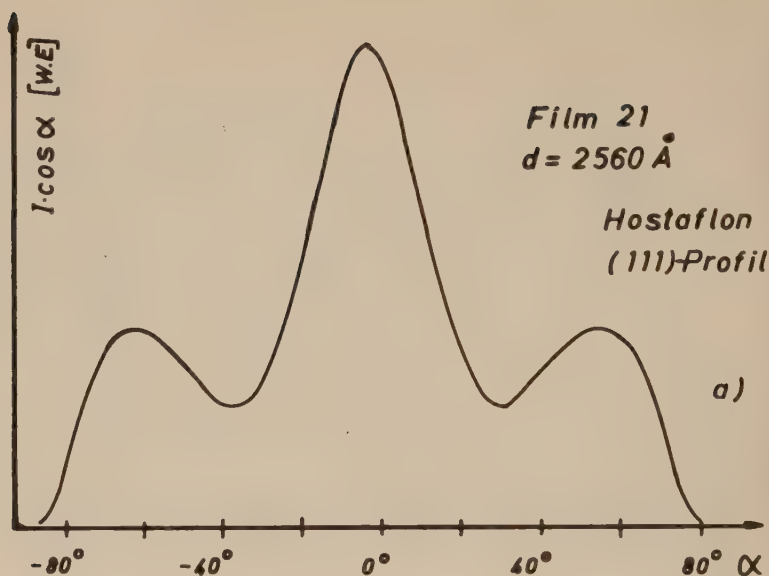


Abb. 31a Texturprofil des (111)-Reflexes für das System Kupfer/Hostaflon, Film 21, $TT = 485^\circ\text{K}$, $d = 2560 \text{ \AA}$

Abb. 31b Texturprofil des (200)-Reflexes für das System Kupfer/Hostaflon, Film 21, $TT = 485^\circ\text{K}$, $d = 2560 \text{ \AA}$

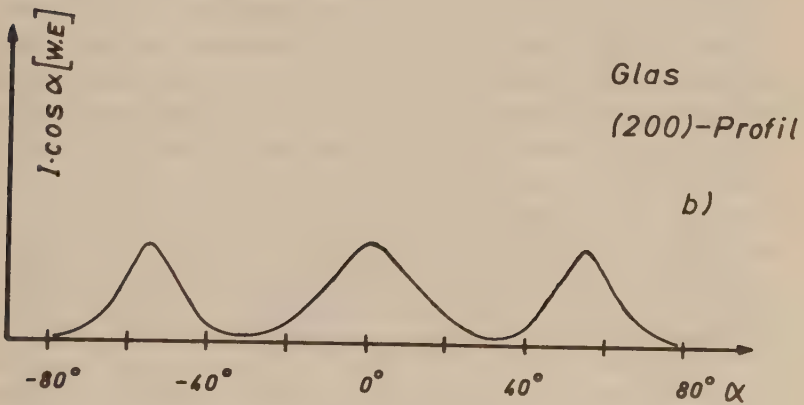
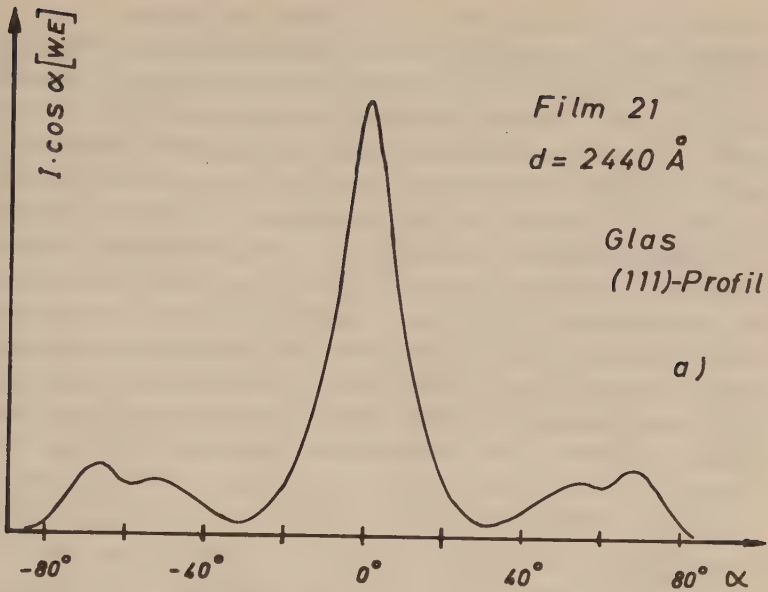


Abb. 32a Texturprofil des (111)-Reflexes für das System Kupfer/Glas, Film 21, TT = $485^\circ K$, $d = 2440 \text{ \AA}$

Abb. 32b Texturprofil des (200)-Reflexes für das System Kupfer/Glas, Film 21, TT = $485^\circ K$, $d = 2440 \text{ \AA}$

sein als das Hauptmaximum. Die in den Abbildungen 27 bis 32 dargestellten Texturprofile der (200)-Reflexe für die Filme Nr. 18, 19, 21 lassen deutlich das Vorhandensein einer ausgeprägten (200)-Textur erkennen. Eine Überlagerung einer zusätzlichen Komponente, die durch verschiedene Netzebenen [200] der (200)-orientierten Kristallite herrühren könnte, kann nicht auftreten, da die verschiedenen (200)-Netzebenen im kubischen Kristall den Winkel $\alpha = 90^\circ$ miteinander einschließen. Die Winkellage der Nebenmaxima liegt theoretisch bei dem Winkel $\alpha = 54,8^\circ$, der annähernd von den meisten Reflexen erreicht wird. Die Aufnahme der (200)-Texturprofile beweist eindeutig das Vorhandensein einer ausgeprägten (200)-Textur in Kupferfilmen sowohl für das System Kupfer/Glas als auch für das System Kupfer/Hostaflon (z.B. Abb. 29 und 30).

6.2.3. Abhängigkeit der Textur von den Herstellungsbedingungen

Die Texturprofile gestatten weitgehende Aussagen über die Abhängigkeit der Textur und der Vorbehandlung der Filme. Betrachtet man die Texturprofile der Filme Nr. 18 und 21, so kann man an ihnen deutlich den Einfluß der Temperung auf den Texturzustand erkennen. Dieser liegt darin, daß bei den auf Glasunterlage aufgedampften Filmen durch die Temperung sowohl die (111)-Textur als auch die (200)-Textur stärker ausgeprägt und die Streuung geringer wird (Abb. 27 und 32). Die Kristallite ordnen sich durch das Tempern derart, daß sich die (111)- und (200)-Netzebenen der Kristallite zunehmend parallel zur Unterlage ausrichten.

Man erkennt deutlich zwei Nebenpeaks im (111)-Texturprofil in der Nähe der theoretischen Werte $\alpha(200) = 58,4^\circ$ und $\alpha(111) = 69,5^\circ$.

Der Einfluß der Temperung auf die auf Hostaflonunterlagen aufgedampften Kupferfilme ist aus der Tab. 10 deutlich zu entnehmen. Bei den nicht getemperten Filmen 11 und 16 konnte keinerlei bevorzugte Textur festgestellt werden, während bei den getemperten Filmen 12, 18, 22 wenigstens die

(111)-Texturprofile erkennbare Maxima ergaben. Eine (200)-Textur auf Hostaflonunterlage konnte nur bei dem getemperten Film Nr. 21 nachgewiesen werden. Ein Vergleich des ungetemperten Filmr Nr. 19 mit dem getemperten Film Nr. 21 scheint damit im Widerspruch zu stehen. Diese Filme wurden jedoch mit einer zu den anderen Filmen relativ langsamen Aufdampfgeschwindigkeit ($13 \text{ \AA}/\text{min}$) aufgedampft. Daraus muß der Schluß gezogen werden, daß der Texturzustand von Kupferfilmen nicht nur von der Temperung, sondern auch von der Aufdampfgeschwindigkeit abhängig ist. Eine weitere mögliche Erklärung ist, daß durch das sehr langsame Aufdampfen der Film durch die von der Wendel abgestrahlte Heizleistung aufgeheizt wird und dadurch ein Temperungseffekt auftritt, der dem des Temperns bei 485°K für entsprechend schnell aufgedampfte Filme entspricht.

Zusammenfassend kann gesagt werden, daß bei allen auf Glasunterlagen aufgedampften Filmen eine stark ausgeprägte (111)- und eine schwächere (200)-Textur vorliegt. Die (200)-Textur tritt entweder durch Temperung oder durch sehr kleine Aufdampfgeschwindigkeiten stärker hervor. Dadurch werden die Streuungen β_h der Texturen kleiner, so daß die Überlagerung von (200)- und (111)-Textur im Texturprofil des (111)-Reflexes teilweise aufgelöst wird.

Für die auf Hostaflonunterlage aufgedampften Kupferfilme läßt sich bei den ungetemperten Filmen selten eine (111)-Textur und in keinem Fall eine (200)-Textur erkennen. Erst bei Temperung bildet sich eine (111)-Textur mit großer Streuung aus. Eine (200)-Textur ist nur dann erkennbar, wenn der Film sehr langsam aufgedampft wurde.

Die Deutung des Auftretens der Texturen bei den bei 77°K aufgedampften, bei Zimmertemperatur getemperten und vermessenen Filmen kann nach den Vorstellungen von Palatnik (50) drei Ursachen haben: Es kann eine Keimbildungstextur vorliegen, die ganz am Anfang der Kondensation entsteht. Denkbar ist auch eine Umkondensation vorhandener Keime zu neuen, vorteilhafter orientierten Keimen mit minimaler Oberflächenenergie (Koaleszenztextur). Schließlich

kann eine Wachstumstextur vorliegen, bei der Kristallite mit bestimmten Orientierungen bevorzugt wachsen.

Aufgrund der vorliegenden Meßergebnisse kann nicht eindeutig entschieden werden, welcher der drei Mechanismen vorliegt. Texturuntersuchungen von Reimer und Freking (51) an Kupferfilmen und von Wedler und Wismann (16) an Nickel-filmen deuten auf ein Überwiegen der Wachstumstextur hin.

Das Entstehen der Textur könnte man folgendermaßen verstehen (16):

In den bei 77°K aufgedampften Filmen werden beim Erwärmen auf Zimmertemperatur thermisch induzierte Spannungen erzeugt, weil sich der Kupferfilm stärker als die Glasunterlage ausdehnt. Da der Film jedoch mehr oder weniger fest auf der Unterlage haftet, wird er in der Filmebene zusammengedrückt.

Er weicht dem Druck dadurch aus, daß die Kristallite ihre am dichtesten gepackte Netzebene, die (111)-Ebene, parallel zur Unterlage ausrichten. Als Folge dieser Ausrichtung muß die Streuung der Texturprofile bei höheren Temperungstemperaturen abnehmen. Dieser Effekt tritt, wie man der Tabelle entnehmen kann, auch tatsächlich ein.

Die bei der Temperung gleichzeitig mit der (111)-Textur auftretende (200)-Textur ist verständlich, weil die (100)-Ebene ebenfalls relativ dicht gepackt ist. Im Gegensatz zum Nickel tritt sie beim Kupfer auch schon bei Zimmertemperatur auf. Der Grund dafür dürfte in der größeren Beweglichkeit der Kupferatome bei Zimmertemperatur liegen.

Anders liegen die Verhältnisse bei dem System Kupfer/Hostaflonbeschichtung. Hier ist die Haftung der Filme auf der Unterlage nicht so fest wie bei dem System Kupfer/Glas. Der Film steht deshalb während des Erwärmens auf Zimmertemperatur nicht unter so hohen Spannungen. Die (111)-Textur ist deshalb schwächer ausgeprägt. Erst bei höheren Temperungstemperaturen ($T = 485^{\circ}\text{K}$) wachsen die Kristallite sowohl mit (111)- als auch mit (200)-Netzebenen parallel zur Unterlage, und zwar vor allem auf Grund der höheren thermischen Energie der Atome.

Neure Arbeiten über die Temperaturabhängigkeit des Elektronenaustrittspotentials von Metallfilmen (52) deuten darauf hin, daß bei einer Temperungstemperatur, die oberhalb 30 % der Schmelztemperatur des betreffenden Metalls liegt, starke Änderungen des Elektronenaustrittspotentials auftreten. Diese Befunde werden damit gedeutet, daß oberhalb 30 % der Schmelztemperatur starke Umlagerungseffekte in den Filmen stattfinden. Die Schmelztemperatur des Kupfers beträgt $T_s = 1083^{\circ}\text{C}$. Die Temperungstemperatur $T_T = 495^{\circ}\text{K}$ liegt oberhalb 0,3 T_s ; es ist also tatsächlich mit starken Rekristallisationsvorgängen bei dieser Temperatur zu rechnen.

7. Zusammenfassung

In der vorliegenden Arbeit wurden an Kupferfilmen, die bei 77°K auf eine Glas- oder Hostaflonunterlage bei einem Vakuum von $<2 \cdot 10^{-8}$ Torr aufgedampft worden waren, röntgenographische Untersuchungen durchgeführt. Diese Untersuchungen sollten den Unterlageneinfluß auf die Filmstruktur in Abhängigkeit von der Schichtdicke und den Herstellungsbedingungen nachweisen. Die Messungen wurden ausschließlich bei Zimmertemperatur vorgenommen.

Die Röntgenbeugungsreflexe wurden bezüglich der genauen Winkellage des Reflexmaximums, der Reflexbreite und der Reflexintensität ausgewertet. Zusätzlich durchgeführte Texturuntersuchungen in einem Texturanalysator lieferten weitere Informationen. Die Auswertung wurde nach verschiedenen Verfahren durchgeführt und miteinander verglichen. Dabei handelt es sich um die Auswertmethode nach Du Mont-Kirkpatrick, Alexander und Scherrer, die Profilsynthese nach Stokes und die Fourier-Analyse nach Warren-Averbach.

Es zeigte sich, daß auf Glasunterlagen aufgedampfte Kupferfilme bei Zimmertemperatur weitgehend ausgetempert sind. Die Kristallitgröße weicht nur wenig von der Schichtdicke ab. Bei Temperungen auf 485°K nimmt die Kristallitgröße nur noch wenig zu.

Anders ist es bei den auf Hostaflonunterlagen aufgedampften Filmen. Die Kristallitgrößen dieser Filme sind deutlich kleiner, als die der auf Glasunterlagen aufgedampften. Ein Vergleich der nach den einzelnen Methoden erhaltenen Kristallitgrößen zeigt, daß die Auswertung nach Alexander und Scherrer zu wesentlich größeren Werten führt als die Profilsynthese nach Stokes. Die Werte der Profilsynthese lagen dagegen noch über den Werten der Fourieranalyse nach Warren-Averbach.

Die Auswertung der Winkellage ergab, daß in den getemperten und ungetemperten Filmen thermisch-induzierte Spannungen vorliegen und äußere Stapelfehler vorhanden sein müssen, da die Gitterkonstantenänderungen durch ther-

misch-induzierte Spannungen allein nicht erklärt werden können. Eine qualitative Bestätigung der thermisch-induzierten Gitterspannungen gelingt durch die Bestimmung der mittleren Spannungen in den Filmen mit Hilfe der Warren-Averbach-Methode. Dabei zeigt sich, daß kleinere Kristallite unter höheren Spannungen stehen als große.

Betrachtet man die Teilchengröße verschieden orientierter Kristallite, so stellt man fest, daß die (111)-orientierten Kristallite stets größer sind als (200)-orientierte. Dieses Ergebnis deutet auf ein bevorzugtes Wachstum derjenigen Kristallite hin, deren (111)-Netzebenen parallel zur Unterlage ausgerichtet sind.

Texturuntersuchungen in einem Texturanalysator lieferten den experimentellen Beweis für das Vorliegen einer überwiegenden (111)-Textur. Ihr überlagert sich eine schwächere (200)-Textur. Das Ausmaß der Vorzugsorientierung nimmt für beide Fälle mit der Temperatur zu. Kupferfilme, die auf Hostaflonunterlage aufgedampft worden waren, erwiesen sich bei diesen Messungen bei Raumtemperatur als weitgehend regellos orientiert. Eine schwache (111)-Textur und eine sehr schwache (200)-Textur treten erst durch Tempern bei 485°K hervor.

Für die Auswertung der Profile nach den genannten Methoden wurde ein Computer-Programm erstellt. Die Rechnungen wurden am Rechenzentrum der Universität Erlangen-Nürnberg durchgeführt.

AnhangComputerprogramm zur Auswertung der Beugungsreflexe

Für die Auswertung der Meßdaten nach den im Abschnitt 3 besprochenen Methoden wurde ein Algol-Programm erstellt. Die Berechnungen wurden an einer CDC 3000 der Firma Control Data im Rechenzentrum der Universität Erlangen-Nürnberg durchgeführt.

Die Beugungsreflexe wurden in einem zum Hauptmaximum θ_M symmetrischen Intervall mit einer Länge von 2° in der 2θ -Skala vermessen. In diesem Intervall wurden auch die Ausläufer hinreichend erfasst. Die Schrittweiten betrugen 0.01° , 0.02° und 0.05° . Das entspricht einer Unterteilung des Beugungsreflexes in 200, 100 oder 40 Teilintervalle.

Als Kenndaten eines Datensatzes für ein Meßprofil dienten die Angabe der Zahl von Teilintervallen N , die Impulsvorwahl P , die Winkellage des Hauptmaximums $2\theta_M$ und als Kennzeichnung für die Reflexordnung die Quadratsumme der Millerschen Indizes $QSMI$. Bei der Durchführung der Profilsynthese nach Stokes müssen das Eichprofil und das Meßprofil des Films miteinander im gleichen zum Hauptmaximum des Filmprofils symmetrischen Fourierintervall verglichen werden. Das erfordert die Einhaltung der Bedingung

$$\sin\theta_2 - \sin\theta_M = \sin\theta_M - \sin\theta_1 \quad (33)$$

(s. Abschnitt 3.2.2.), woraus sich eine Korrektur der Anzahl N der Intervalle ergeben kann. Der Gl. (33) entspricht im reziproken Gitter die zum Reflexmaximum symmetrische Periode

$$2(\sin\theta_2)/\lambda - 2(\sin\theta_M)/\lambda = 1/a_3 \quad (34)$$

Daraus läßt sich die für den Übergang zu der für die Auswertung bequemerem Größe $L = na_3$ berechnen.

Die Meßdaten müssen für die Bestimmung der Fourierkoeffizienten des physikalischen Linienprofils vorbereitet werden. Dazu wird die Meßzeit für die gewählte Impulsvorwahl in Zählraten umgewandelt. Anschließend wird der Unter-

grund, das heißt das arithmetische Mittel der Mittelwerte, von fünf Zählraten am Intervallende und Intervallanfang von allen Zählraten abgezogen. Daran schloß sich die Abtrennung der α_2 -Komponente nach der Methode von Du Mont-Kirkpatrick an. Es genügte dabei völlig, die ersten fünf Glieder der Reihenentwicklung in der Gl. (3b) (Seite 20) zu berücksichtigen. Sowohl für die Schrittweite von 0.01° als auch für die Schrittweiten 0.02° und 0.05° ergaben sich befriedigende Ergebnisse.

Anschließend konnten die Winkellage des Reflexmaximums der α_1 -Komponente, die daraus folgende Gitterkonstante, die Halbwertsbreite und Profilfläche berechnet werden. Zur Bestimmung der Halbwertsbreiten wurde zwischen den betreffenden Meßpunkten linear interpoliert. Damit war die Auswertung nach Du Mont-Kirkpatrick und die Vorbereitung der Meßwerte für die Bestimmung der Fourierkoeffizienten für die Profilsynthese nach Stokes abgeschlossen.

Zunächst wurden dazu die Fourierkoeffizienten $H(t)$ und $G(t)$ der α_1 -Komponenten von Eichprofil und Meßprofil berechnet, aus denen mit Hilfe von Gl. (10) die Cosinuskoeffizienten A_n und Sinuskoeffizienten B_n des physikalischen Linienprofils ermittelt wurden. Mit diesen Fourierkoeffizienten wurde dann das physikalische Linienprofil bestimmt. Dabei ist es notwendig, die Fourierreihenentwicklung dann abzubrechen, wenn die Cosinuskoeffizienten des Meßprofils größer oder gleich den Cosinuskoeffizienten des Eichprofils werden, gemäß der Arbeiten von Stokes (28). Andernfalls ergeben sich zu große und daher falsche Werte für die Cosinuskoeffizienten des physikalischen Linienprofils, was zu einem völlig undefinierten, von starken Oszillationen überlagerten physikalischen Linienprofil führen kann.

Aus dem mit den genannten Einschränkungen bestimmten physikalischen Linienprofil werden wieder Winkellage, Gitterkonstanten, Halbwertsbreite und Kristallitgröße berechnet.

Es erwies sich als vorteilhaft, das Meßprofil und das physikalische Linienprofil durch Ausgabe auf einem Drucker graphisch darzustellen, um einerseits sofort Fehler in den Zählraten zu erkennen und andererseits die Güte des physikalischen Linienprofils beurteilen zu können.

Das Programm wurde durch entsprechende Abfragen so abgefaßt, daß es für die verschiedenen Schrittweiten gleichzeitig verwendet werden kann. Außerdem können in einem Rechengang beliebig viele Reflexe der gleichen (hkl)-Indizierung durchgerechnet werden. Werden (111)- oder (200)-Reflexe untersucht, so kann automatisch eine Lorentz- und Polarisationskorrektur vorgenommen werden. Ein Vergleich der mit dieser Korrektur berechneten Koeffizienten mit den ohne diese Korrektur errechneten Werte ergaben Änderungen der Fourierkoeffizienten von weniger als 1 o/oo. In einem gesonderten Programm wurde der Trennung des α -Doubletts besondere Aufmerksamkeit gewidmet. Neben der Trennung nach der Methode von Du Mont und Kirkpatrick ist es möglich, eine Ausgleichskurve durch die Meßpunkte nach der Methode der Kleinsten Quadrate (Least Square Fit) zu bestimmen. Die Ausgleichskurve muß dazu analytisch als Überlagerung zweier gleichartiger Funktionen, deren Maxima im Verhältnis 2:1 stehen, bekannt sein.

Mögliche Funktionen für die Profilform einer Komponente sind

1. Cauchyprofil $y = \frac{1}{1+K^2 x^2}$

2. Gaußprofil $y = \exp(-K^2 x^2)$

3. Mittelprofil $y = \frac{1}{(1+K^2 x^2)^2}$

(s. Abschnitt 3.1. und Abb. 5).

Der Parameter K bestimmt dabei die Halbwertsbreite des Profils. Eine Überlagerung zweier derartiger Funktionen wird durch insgesamt sechs Parameter bestimmt zur Festlegung des Maximums, der Halbwertsbreite und des Abstandes der beiden Komponenten.

Geeignete Startwerte für die sechs Parameter werden auf folgende Weise ermittelt:

Die Höhe des Maximums der α_1 -Komponente wird durch den Maximalwert der Zählraten bestimmt. Die Halbwertsbreite der α_1 -Komponente ergibt sich durch Bestimmung der halben Halbwertsbreite des Meßprofils in dem 2 θ -Bereich, der durch die α_2 -Komponente weniger gestört ist. Der theoretische Doublettabstand der Komponenten wird als Startwert für den Abstand der Maxima der Näherungsfunktionen verwendet. In einer nullten Näherung wird die α_1 -Komponente für diese Näherungswerte mit einer der Näherungsfunktionen berechnet und von der gemessenen Überlagerung subtrahiert. Die Differenz entspricht der α_2 -Komponente, deren Parameter (Maximum, Maximumlage und Halbwertsbreite) abgefragt wurden. Mit den so gewonnenen Startwerten für beide Komponenten wird mit der bekannten Gradientenmethode ein Least Square Fit durchgeführt.

Die Ergebnisse mit den drei oben angeführten Näherungsfunktionen waren im Vergleich zu der Methode von Du Mont-Kirkpatrick unbefriedigend. Die besten Ergebnisse lieferte das Cauchyprofil mit einer Abweichung der Intensitätsmaxima der Ausgleichskurve gegenüber der Meßkurve von 10-15 %. Aus diesem Grunde wurde im Programm der Profilsynthese die Methode von Du Mont-Kirkpatrick verwendet.

Computerprogramm

zur

Auswertung der Beugungsreflexe

```

0** #BEGIN#
#INTEGER# T,N,SPALTE..
#INTEGER#V..
INPUT(60,*(**)*,N,T)..
INPUT(60,*(**)*,V)..
SPALTE:= 20+1+5..
#BEGIN#
#INTEGER# BR..
#PROCEDURE# LAYOUT..
FORMAT(*(B,-ZZD,X-,(**)*,/*1*,BR))..
0** #PROCEDURE# LIST(ITEM)..
#PROCEDURE# ITEM..
ITEM(BR)..
#PROCEDURE# GRAPH(SPALTE, ZEILE, X,Y,YA,YF)..
#REAL#YA,YE..
#INTEGER#SPALTE, ZEILE..
#ARRAY#X,Y..
#BEGIN#
#INTEGER#XK,YK,U,V,I,YA,YF..
#REAL#FY,YHA,YHE..
0** #INTEGER#ARRAY#YY(/0..SPALTE+2/),VA(/1..2*SPALTE+4/)..
#PROCEDURE# FORM..
FORMAT(*(XB,X(A)*)*,U,V)..
#PROCEDURE# LIST(VAR)..
#PROCEDURE# VAR..
#FOR# I.=1#STEP# 1 #UNTIL#V #DO#
VAR(VA(/I/))..
#FOR# I.=1#STEP#1#UNTIL#2*SPALTE+2 #DO#
VA(/I/).=EQUIV(*(X*)*)..
YA.=YA..
0** YHE.=YE..
#FOR# XK.=1#STEP#1#UNTIL#SPALTE#DO#
#BEGIN#
#IF#Y/(XK/)*GREATER#YHA #THEN#
YA.=Y/(XK/)..
#IF#Y/(XK/)*LESS#YHE#THEN#
YHE.=Y/(XK/)..
#END#..
#IF#ABS(YHE-YHA)*LFS#10#=#6#THEN#
FY.=ZEILE
0** #ELSE#
FY.=(ZEILE-1)/ABS(YHE-YHA)..
YA.=YHA*FY..
YHE.=YHE*FY..
#FOR#YK.=YA+1#STEP#-1#UNTIL# YYE#DO#
#BEGIN#
YY(/SPALTE+1/).=YK-1..
#IF#ABS(YK/FY)*LESS#9999#THEN#
OUTPUT(61,*(/*,*(-E)*,ZZD,DD)*,LN(ABS(YK/FY)))
#ELSE#
OUTPUT(61,*(/*,*(E)*,ZZD,DD)*,LN(ABS(YK/FY)))..
#END#..
U.=1..
V.=0..
#FOR#XK.=1#STEP#1#UNTIL#SPALTE#DO#
#BEGIN#

```

```

60** YY(/XK/).=Y(/XK/)*FY.;
   #IF#YY(/XK/)#NOTEQUAL#YK#THEN#
   U.=U+1

   #ELSE#
   #BEGIN#
   V.=V+1.;
   #IF#YY(/XK+1/)#NOTEQUAL#YK#THEN#
   #BEGIN#
   OUTLIST(61,FORM,LIST)..
70** U.=0.;V.=0.;
   #END#.;
   #END#.;
   #END#.;
   #END#.;
   OUTPUT(61,#(#/#)#)..
   OUTPUT(61,#(#/#(#           #)##)##)..
   #FOR#XK.=1#STEP#10#UNTIL#SPALTE#DO#
   OUTPUT(61,#(#(#I           #)##)##)..
   OUTPUT(61,#(#/#)#)..
80** OUTPUT(61,#(#(#           #)##)##)..
   #FOR#XK.=1#STEP#10#UNTIL#SPALTE#DO#
   OUTPUT(61,#(#ZD.PD4B#)#,X(/XK/))..
   OUTPUT(61,#(#/#)#)..
   #END#.;
   #REAL#L0..
   #REAL# D,LAM1,LAM2,MW,PHI,OZ1,UZ1,C,WW0,WW1,WW2,VV..
   #REAL# MW0..
   #INTEGER# R,RR,PS,US1,US2,OS1,OS2,Z,K,QSMI,P,S,M,ZEILE,W,WW,NS,AA..
   #INTEGER# VW..
90** #REAL# MW2,SWS,SK,TT,U,G,F,SW,HG,KG,GK,CC,AM,BM..
   #ARRAY# XX,ZZ,ALPHA,YY(/1..2*N+1+20/),YYY(/-5..2*N+1+20/),
   FF(/1..2*N+1+5,0..T/)..
   LL,KK(/0..V/),AB(/0..2*V+2/),NL,SWL,MWL,PL,SL,QSMIV(/0..T/)..
   INPUT(60,#(#)#,LAM1,LAM2,VV,W,QSMI,SK)..
   PHI.=4*ARCTAN(1)..
   #FOR# Z.=0 #STEP# 1 #UNTIL# T #DO#
   #BEGIN#
   INPUT(60,#(#)#,NL(/Z/),SL(/Z/),PL(/Z/),SWL(/Z/),MWL(/Z/),QSMIV(/Z/),
   N.=NL(/Z/)..
100** #FOR# K.=1#STEP# 1#UNTIL# 2*N+1+5 #DO#
   INPUT(60,#(#)#,FF(/K,Z/))..
   #END#.;
   NS.=NL(/0/)..
   PS.=PL(/0/)..
   MW0.=MWL(/0/)..
   SWS.=SWL(/0/)..
   Z.=0..
   #FOR# K.=1 #STEP# 1 #UNTIL# 2*NS+1+5 #DO#
   YYY(/K/).=FF(/K,Z/)..
110** #FOR# K.=5 #STEP# 1 #UNTIL# 0 #DO#
   INPUT(60,#(#)#,YYY(/K/))..
   #FOR# K.=2*NS+7 #STEP# 1 #UNTIL# 2*NS+1+10 #DO#
   INPUT(60,#(#)#,YYY(/K/))..
   #FOR# K.=5 #STEP# 1 #UNTIL# 2*NS+1+10 #DO#
   YYY(/K/).=PS/YYY(/K/)..
   D.=0..
   #FOR# K.=5 #STEP# 1 #UNTIL# 5 #DO#
   D.=YYY(/K/)+D..
   D.=D/11..

```

```

20** C.=0.,
    #FOR # K.=2*NS+1+in #STEP# -1 #UNTIL# 2*NS+1 #DO#
    C.=C+YY(/K/),,
    C.=C/11.,
    D.=(C+D)/2.,
    #FOR# K.=5 #STEP# 1 #UNTIL# 2*NS+1+10 #DO# YY(/K/),=YY(/K/)+D.,
    MW.=MW0.,
    SW.=SW5.,
    #IF# QSMI #EQUAL# 3 #OR# QSMI#EQUAL# 4 #THEN#
    #FOR# K.=5 #STEP# 1 #UNTIL# 2*NS+1+10 #DO#
30** #BEGIN#
    UZ1.= (1+COS((MW-1+(K-1)*SW)*PHI/180)*COS((MW-1+(K-1)*SW)*PHI/180))/
    (SIN((MW-1+(K-1)*SW)*PHI/360)*SIN((MW-1+(K-1)*SW)*PHI/360)*
    COS((MW-1+(K-1)*SW)*PHI/360)),,
    YY(/K/),=YY(/K/)/UZ1.,
    #END#.,
    #FOR# Z.=0 #STEP# 1 #UNTIL# T #DO#
    #BEGIN#
    N.=NL(/Z/),,MW.=MWL(/Z/),, P.=PL(/Z/),,SW.=SWL(/Z/),,
    QSMI.=QSMIV(/Z/),,
40** #FOR# K.=1 #STEP# 1 #UNTIL# 2*N+1+5 #DO#
    #BEGIN#
    YY(/K/),=FF(/K,Z/),,
    YY(/K/),=P/YY(/K/),,
    #END#.,
    OUTPUT(61,*(#/#)*),,
    OUTPUT(61,*(#(#MESSPROFIL=NUMMER #)*#)*),,
    OUTPUT(61,*(#ZSD.3D#)*,N,S,P,Z,SW,MW),,
    MW2.=LAM1/4/(SIN(MW/2*PHI/180)-SIN((MW-1)/2*PHI/180)),,
    OUTPUT(61,*(#/#)*,*(#KOAERENZGROESSE,= #)*,ZSD.3D#)*,MW2),,
50** MW2.=2*SIN(MW/2*PHI/180)-SIN((MW-1)/2*PHI/180),,
    MW2.=ARCTAN(MW2/SQRT(1-MW2*MW2))*180/PHI.,
    R.=ENTIER((2*MW2-(MW+1))*100),,
    #IF# (SW #EQUAL# 0.02) #OR# (SW #EQUAL# 0.05) #AND# R/(SW*100)
    #EQUAL# ENTIER(R/(SW*100)) #THEN# R.=R/(SW*100)
    #ELSE#
    R.=ENTIER(R/(SW*100)+0.5),,
    OUTPUT(61,*(#/#)*,*(#INTERVALLKORREKTUR,= #)*,ZSD.2D #)*,R),,
    D.=U.,
    #FOR# K.=1 #STEP# 1 #UNTIL# 5 #DO#
60** U.=U+YY(/K/),,
    D.=D/5.,
    C.=U.,
    #FOR# K.=2*N+1+R #STEP# -1 #UNTIL# 2*N+1+R-5 #DO#
    C.=C+YY(/K/),,
    C.=C/6.,
    U.=(C+D)/2.,
    OUTPUT(61,*(#/#)*,*(#INTERGREND=#)*#)*,D),,
    #FOR# K.=1 #STEP# 1 #UNTIL# 2*N+1+R #DO#
    YY(/K/),=YY(/K/)+D.,
70** OZ1.=LAM2/2/3.6149*SQRT(QSMI),,
    UZ1.=LAM1/2/3.6149*SQRT(QSMI),,
    UZ1.=ARCTAN(UZ1/SQRT(1-UZ1*UZ1)),,
    OZ1.=ARCTAN(OZ1/SQRT(1-OZ1*OZ1)),,
    OZ1.=OZ1*180/PHI.,
    UZ1.=UZ1*180/PHI.,
    CC.=ENTIER(2*(OZ1-UZ1)*100+0.5),,
    C.=CC.,
    #IF# (SW #EQUAL# 0.02) #OR# (SW #EQUAL# 0.05) #AND# C/(SW*100)
    #EQUAL# ENTIER(C/(SW*100)) #THEN# C.=C/(SW*100)

```

```

180** #ELSE#
C.=ENTIER(C/(SW*100)*0.5)..
OUTPUT(61,*(#/,*(#ALPHAABSTAND = *)#.ZD.ZD#)*,CC)..
OUTPUT(61,*(#/,*(#ALPHAABSTAND = *)#.ZD.ZD#)*,C)..
CC.=C..
#FOR# K.=1 #STEP# 1 #UNTIL# 2*N+1+R #DO#
#BEGIN#
D.=0..
#FOR# WW.=1 #STEP# 1 #UNTIL# W #DO#
#BEGIN#
190** #IF# WW*C #LESS# K #THEN#
D.=D+(-1)*POWER*(WW)*VV*POWER*(WW)*YY/(K-WW*C)..
#END#..
ZZ(/K/).=YY(/K/)+D..
#END#..
#IF# Z #EQUAL# 0 #THEN#
#BEGIN#
C.=0..
#FOR# K.=-5 #STEP# 1 #UNTIL# CC #DO#
C.=YYY(/K/)*2/3+C..
200** C.=C/(CC+6)..
#FOR# K.=-5 #STEP# 1 #UNTIL# CC #DO#
YYY(/K/).=C..
#FOR# K.=CC #STEP# 1 #UNTIL# 2*N+1+R #DO#
YYY(/K/).=ZZ(/K/)..
OUTPUT(61,*(#/,*(#ALPHA 1 KOMPONENTE DES EICHPROFILS *)#./#)*)..
#FOR# K.=1 #STEP# 1 #UNTIL# 2*NS+1 #DO#
OUTPUT(61,*(#)#.ZZ(/K/))..
#END#..
#IF# Z #GREATER# 0 #THEN#
210** #BEGIN#
#FOR# K.=1 #STEP# 1 #UNTIL# CC #DO#
ZZ(/K/).=YY(/K/)*2/3..
OUTPUT(61,*(#/,*(#ALPHA 1 KOMPONENTE DES MESSPROFILS *)#./#)*)..
#FOR# K.=1 #STEP# 1 #UNTIL# 2*N+1 #DO#
OUTPUT(61,*(#)#.ZZ(/K/))..
#END#..
D.=0..
#FOR# K.=1 #STEP# 1 #UNTIL# 2*N+1+R #DO#
#IF# ZZ(/K/)-D#GREATER# 0 #THEN# D.=ZZ(/K/)..
220** OUTPUT(61,*(#)#.(#INTENS. MAX. = *)#)#.#.#)..
U.=0..G.=0..
#FOR# K.=1 #STEP# 1 #UNTIL# 2*N+1+R #DO#
#BEGIN#
U.=U+ZZ(/K/)..
G.=G+ZZ(/K/)..
#END#..
G.=G-ZZ(/2*N+1/)..
F.=PHI/N*(ZZ(/1/)+ZZ(/2*N+1/)+4*U+2*G)..
F.=F/3..
230** OUTPUT(61,*(#/,*(#PROFILFLAECHE DER ALPHA 1 KOMPONENTE *)#./#)*)..
#FOR# K.=1 #STEP# 1 #UNTIL# 2*N+1+R #DO#
XX(/K/).=(K-1-N)*PHI/N..
#IF# Z #EQUAL# 0 #THEN# OUTPUT(61,*(#)#.(#ALPHA 1 KOMPONENTE DES
EICHPROFILS*)#)#)
#ELSE# OUTPUT(61,*(#)#.(#ALPHA 1 KOMPONENTE DES MESSPROFILS *)#)#)
#FOR# K.=1 #STEP# 1 #UNTIL# 2*N+1+R #DO#
#BEGIN#
OUTPUT(61,*(#-ZD.3D#)*,XX(/K/))..
#R.=ABS(ENTIER(ZZ(/K/)/D*100))+1..

```

```

240** OUTLIST(61,LAYOUT,LIST)..
      #END#..
      #IF# Z #EQUAL# 0 #THEN# OUTPUT(61,*(#,#(#ALPHA2 KOMPONENTE DES
      EICHENPROFILS#)##)*)
      #ELSE# OUTPUT(61,*(#,#(#ALPHA 2 KOMPONENTEN DES MESSPROFILS #)##)*)..
      #FOR# K.=1 #STEP# 1 #UNTIL# 2*N+1+R #DO#
        YY(/K/).=YY(/K/)-77(/K/)..
        L.=0..
        #FOR# K.=1 #STEP# 1 #UNTIL# 2*N+1+R #DO#
          #IF# YY(/K/)-L0 #GREATER# 0 #THEN# L0.=YY(/K/)..
250** OUTPUT(61,*(#,#(/#(#NORMIERTE MESSKURVE#)##)##)*)..
          #FOR# K.=1 #STEP# 1 #UNTIL# 2*N+1+R #DO#
            #BEGIN#
            OUTPUT(61,*(#-ZZ0.30#),XX(/K/))..
            BK.=ABS(ENTIER(YY(/K/)/L0*100))+1..
            OUTLIST(61,LAYOUT,LIST)..
            #END#..
            L.=0..
            #FOR# K.=1 #STEP# 1 #UNTIL# 2*N+1+R #DO#
              #IF# YY(/K/)-L0 #GREATER# 0 #THEN# L0.=YY(/K/)..
260** #BEGIN#
            OUTPUT(61,*(#-ZZ0.30#),XX(/K/))..
            BK.=ABS(ENTIER(YY(/K/)/L0*50))+1..
            OUTLIST(61,LAYOUT,LIST)..
            #END#..
            #FOR# K.=N+1 #STEP# -1 #UNTIL# 1 #DO#
              #IF# ZZ(/K/)-D/2 #LESS# 0 #THEN#
                #BEGIN#
                US1.=K+1..
                US1.=K..
                #GOTO# MK1..
                #END#..
                MK1..
                #FOR# K.=N #STEP# 1 #UNTIL# 2*N+1 #DO#
                  #IF# ZZ(/K/)-D/2 #LESS# 0 #THEN#
                    #BEGIN#
                    US2.=K.. US2.=K-1..
                    #GOTO# MK2..
                    #END#..
                    MK2..
270** WW1.=XX(/OS1/)-(XX(/US1/)-XX(/US1/))*(ZZ(/OS1/)-D/2)/
                    (ZZ(/OS1/)-ZZ(/US1/))..
                    WW2.=(ZZ(/OS2/)-D/2)*(XX(/US2/)-XX(/OS2/))/(ZZ(/OS2/)-ZZ(/US2/))+
                    XX(/OS2/)..
                    OUTPUT(61,*(#(#US1,US1,US2,OS2,D#)##)##)..
                    OUTPUT(61,*(#,#,US1,OS1,US2,OS2,D#)..)
                    HB.=(WW2-WW1)*SW/PHI*N..
                    OUTPUT(61,*(#,#,WW1,WW2)..
                    OUTPUT(61,*(#(#WW1,WW2#)##)##,WW1,WW2)..
                    OUTPUT(61,*(#/#)##)..
280** #FOR# K.=1 #STEP# 1 #UNTIL# 2*N+1 #DO#
          #IF# ABS(ZZ(/K/)-D) #LESS# 0.0001 #THEN# AA.=K..
          OUTPUT(61,*(#/#,*(#MAXIMUMVERSCHIEBUNG AA =#)##,ZD.20#)##,AA)..
          WW0.=MW*SW*(AA-N-1)..
          KG.=SK*LAM1/(H+*COS(WW0/2*2*PHI/360))..
          KG.=KG*180/PHI..
          GK.=LAM1/2*SQRT(USMI)/SIN(2*PHI/360*WW0/2)..
          OUTPUT(61,*(#/#,*(#BERECHNUNG DER KONSTANTEN NACH RACHINGER
          SCHERRER #)##,/#)##)..
          OUTPUT(61,*(#/#,*(#GITTERKONSTANTE GK= #)##,ZD.6DB#)##,GK)..

```

```

300** OUTPUT(61,*(#/,*(#KRISTALLITGROESSE KG = *)*,ZD.2DB#)*,KG)..
    OUTPUT(61,*(#/,*(#HALBWERTSBREITE HR = *)*,ZD.4DB#)*,HB)..
    OUTPUT(61,*(#/,*(#INTENSITAET D = *)*,ZD.4DB#)*,D)..
    OUTPUT(61,*(#/,*(#BEUGUNGSWINKEL WW0 = *)*,ZD.4DB#)*,WW0)..
    #IF# (QSMI #EQUAL# 3) #OR# (QSMI #EQUAL# 4) #THEN#
    #BEGIN#
    #IF# Z #EQUAL# 0 #THEN#
    #BEGIN# MW.=MW0.,SW.=SW.,
    #END#.,
    #FOR# K.=1 #STEP# 1 #UNTIL# 2*N+1+R #DO#
310** #BEGIN#
    UZ1.= (1+COS((MW-1+(K-1)*SW)*PHI/180)*COS((MW-1+(K-1)*SW)*PHI/180))
    (SIN((MW-1+(K-1)*SW)*PHI/360)*SIN((MW-1+(K-1)*SW)*PHI/360)*
    COS((MW-1+(K-1)*SW)*PHI/360))..
    ZZ(/K/).=ZZ(/K/)/UZ1..
    #END#.,
    #END#.,
    #FOR# K.=1 #STEP# 1 #UNTIL# 2*N+1+R #DO#
    YY(/K/).=ZZ(/K/)..
    #FOR# M.=0 #STEP# 1 #UNTIL# V #DO#
320** #BEGIN#
    AM.=BM.=0.,
    #FOR# K.=1 #STEP# 1 #UNTIL# 2*N+1+R #DO#
    #BEGIN#AM.=AM+YY(/K/)*COS(M*XX(/K/))..
    BM.=BM+YY(/K/)*SIN(M*XX(/K/))..
    #END#.,
    A(/M/).=2*AM/(2*N)..
    B(/M/).=2*BM/(2*N)..
    #END#.,
    #FOR# K.=1 #STEP# 1 #UNTIL# 2*NS+1+R #DO#
330** XX(/K/).=(K-1-NS)*PHI/NS..
    RR.=ENTIER((MW0-MW)*100)..
    #IF# ((SWS #EQUAL# 0.02) #OR# (SWS#EQUAL# 0.05)) #AND# RR/(SWS*100)
    #EQUAL# ENTIER(RR/(SWS*100)) #THEN# RR.=RR/(SWS*100)
    #ELSE#
    RR.=ENTIER(RR/(SWS*100))..
    OUTPUT(61,*(#/,*(#INTERVALLAUSGLEICH RR = *)*,ZD.20#)*,RR)..
    #IF# RR#LESS# -10 #THEN# RR.=-10..
    #IF# R-RR #GREATER# 10 #THEN# RR.=RR+R..
    #FOR# M.=V+1 #STEP# 1 #UNTIL# 2*V+2 #DO#
340** #BEGIN#
    AM.=BM.=0.,
    #FOR# K.=1 #STEP# 1 #UNTIL# 2*NS+1+R #DO#
    #BEGIN#
    AM.=AM+YYY(/K-RR/)*COS((M-(V+1))*XX(/K/))..
    BM.=BM+YYY(/K-RR/)*SIN((M-(V+1))*XX(/K/))..
    #END#.,
    A(/M/).=AM/NS..
    B(/M/).=BM/NS..
    #END#.,
350** #FOR# M.=0 #STEP# 1 #UNTIL# V #DO#
    #BEGIN#
    LL(/M/).=
    (A(/M/)*A(/M+V+1/)+B(/M/)*B(/M+V+1/))/(A(/M+V+1/)*A(/M+V+1/)+
    B(/M+V+1/)*B(/M+V+1/))..
    KK(/M/).=
    (B(/M/)*A(/M+V+1/)-A(/M/)*B(/M+V+1/))/(A(/M+V+1/)*A(/M+V+1/)+
    B(/M+V+1/)*B(/M+V+1/))..
    #END#.,
    #FOR# M.=0 #STEP# 1 #UNTIL# V #DO#

```

```

360** #IF# A(/M/)=A(/M+V+1/) #GREATER# 0 #THEN#
#BEGIN#
VW.=M., #GOTO# XYZ.,
#END#.,
XYZ.,
#FOR# K.=1 #STEP# 1 #UNTIL# 2*NS+1+R #DO#
#BEGIN#
ALPHA(/K/).=0.,
#FOR# M.=0 #STEP# 1 #UNTIL# VW #DO#
ALPHA(/K/).=ALPHA(/K/)+LL(/M/)*COS(M*XX(/K/))+KK(/M/)*SIN(M*XX(/K/))
370** ALPHA(/K/).=ALPHA(/K/)+LL(/O/)/2.,
#END#.,
U.=0.,
#FOR# K.=1 #STEP# 1 #UNTIL# 15 #DO#
U.=U+ALPHA(/K/), D.=U/15.,
C.=0.,
#FOR# K.=2*NS+1+R #STEP# -1 #UNTIL# 2*NS+1+R-15 #DO#
C.=C+ALPHA(/K/), C.=C/16., U.=(D+C)/2.,
OUTPUT(61,*(#/,*(#INTERGRUND DES PHYSIKALISCHEN PROFILS#)*)#),D),.
#FOR# K.=1 #STEP# 1 #UNTIL# 2*NS+1+R #DO#
380** ALPHA(/K/).=ALPHA(/K/)-D.,
L.=0.,
#FOR# K.=1 #STEP# 1 #UNTIL# 2*NS+1+R #DO#
#IF# ALPHA(/K/)-L0 #GREATER# 0 #THEN# L0.=ALPHA(/K/),
OUTPUT(61,*(#/,*(#PHYSIKALISCHES LINIENPROFIL #)*)#),#),.
#FOR# K.=1 #STEP# 1 #UNTIL# 2*NS+1+R #DO#
#BEGIN#
OUTPUT(61,*(#-ZD.,RD#)*)#),XX(/K/)),.
dk.=ABS(ENTIER(ALPHA(/K/)/L0*100))+1.,
OUTLIST(61,LAYOUT,LIST),.
390** #END#.,
OUTPUT(61,*(#*)#),.
OUTPUT(61,*(*(#PHYSIKALISCHES LINIENPROFIL #)*)#),#),.
OUTARRAY(61,ALPHA),.
OUTPUT(61,*(#/,*(#LL(/O/).= *)#,-ZD.,RD,#),#),LL(/O/)),.
OUTPUT(61,*(#/,*(#FOURIERKOEFFIZIENTEN #)*)#),#),.
OUTPUT(61,*(*(#A(/M/)) B(/M/)) A(/M+V+1/)) B(/M+V+1/))
LL(/M/)) KK(/M/))*)#),#),.
#FOR# M.=0 #STEP# 1 #UNTIL# V #DO#
LL(/M/).=LL(/M/)/LL(/O/),.
400** #FOR# M.=0 #STEP# 1 #UNTIL# V #DO#
OUTPUT(61,*(#6(-ZD.,502H),#),#),A(/M/),H(/M/),A(/M+V+1/),B(/M+V+1/),
LL(/M/),KK(/M/)),.
YY(/1/).=0.,
#FOR# K.=1 #STEP# 1 #UNTIL# 2*NS+1+R #DO#
#BEGIN#
#IF# ALPHA(/K/)-YY(/1/) #GREATER# 0 #THEN#
YY(/1/).=ALPHA(/K/),.
#END#.,
U.=YY(/1/),.
410** #FOR# K.=1 #STEP# 1 #UNTIL# 2*NS+1+R #DO#
#IF# ABS(ALPHA(/K/)-U) #LESS# 0.0001 #THEN# AA.=K.,
OUTPUT(61,*(#/,*(#MAXIMUMVERSCHIEBUNG AA=#)*)#),ZD.,2D#)*)#),AA),.
#FOR# K.=AA #STEP# -1 #UNTIL# 1 #DO#
#IF# ALPHA(/K/)-U/2 #LESS# 0 #THEN#
#BEGIN#
U1.=K+1.,
U1.=K.,
#GOTO# MK3.,
#END#.,

```

```

420** MK3.,
      N.=NS.,
      SW.=SWS.,
      #FOR# K.=AA #STEP# 1 #UNTIL# 2*N+1+R #DO#
      #IF# ALPHA(/K/)-D/2 #LESS# 0 #THEN#
      #BEGIN#
      US2.=K.,
      OS2.=K-1.,
      #GOTO# MK4.,
      #END#.,
430** MK4.,
      WW2.=(ALPHA(/OS2/)-D/2)*(XX(/US2/)-XX(/OS2/))/(ALPHA(/OS2/)-ALPHA
      )+XX(/OS2/),
      WW1.=(ALPHA(/OS1/)-D/2)*(XX(/US1/)-XX(/OS1/))/(ALPHA(/OS1/)-ALPHA
      )+XX(/OS1/),
      OUTPUT(61,*(#(US1,OS1,US2,OS2,D)*)#),
      OUTPUT(61,*(#(US1,OS1,US2,OS2,D)*)#),
      WW0.=WW+SW*(AA-N-1),
      OUTPUT(61,*(#(WW1,WW2)*)#),
      U.=0.,G.=0.,
440** #FOR# K.=1 #STEP# 1 #UNTIL# 2*NS+1+R #DO#
      #BEGIN#
      U.=U+ALPHA(/K/),
      G.=G+ALPHA(/K/),
      #END#.,
      G.=G-ALPHA(/2*NS+1/),
      F.=PHI/NS*(ALPHA(/1/)+ALPHA(/2*NS+1/)+4*U+2*G),
      F.=F/3.,
      OUTPUT(61,*(#(PROFILFLAECH.=F)*)#),
      #IF# (QSMI #EQUAL# 3) #OR# (QSMI #EQUAL# 4) #THEN#
450** #BEGIN#
      F.=F/D.,
      #FOR# K.=ABS(AA-(N+1))+1 #STEP# 1 #UNTIL# AA #DO#
      #BEGIN#
      U.=WW0-SW*(AA-K),
      G.=WW0+SW*(AA-K),
      XX(/K/).=((SIN(U/2*PHI/180)*SIN(U*PHI/180))/(
      (1+COS(U*PHI/180)*COS(U*PHI/180)))*
      ALPHA(/K/))
      -(SIN(G/2*PHI/180)*SIN(G*PHI/180)/(1+COS(G*PHI/180)*COS(G*PHI/180
      )*ALPHA(/2*AA-(K+1/)))
      /((SIN(WW0*PHI/180)*SIN(WW0/2*PHI/180)/(1+COS(WW0*PHI/180)*
      COS(WW0*PHI/180)))/F*SIN(PHI/180/(2*(AA-ABS(AA-(N+1))))*(AA-K))/
      COS(PHI/180/(2*AA-ABS(AA-(N+1))))
      *(AA-K)),
      #IF# QSMI #EQUAL# 3 #THEN#
      XX(/K/).=2/SQRT(3)*XX(/K/)
      #ELSE#
      XX(/K/).=SQRT(3)/2*XX(/K/),
      #END#.,
470** OUTPUT(61,*(#(Z)*)#),
      OUTPUT(61,*(#(ZWILLINGSFEHLER)*)#),
      OUTPUT(61,*(#(Z)*)#),
      #FOR# K.=ABS(AA-(N+1))+1 #STEP# 1 #UNTIL# AA #DO#
      OUTPUT(61,*(#(5(-ZD.4D),#)*)#),
      #END#.,
      OUTPUT(61,*(#(Z)*)#),
      HB.=(WW2-WW1)*SW/PHI*N.,
      GK.=LAM1/2*SQRT(QSMI)/SIN(2*PHI/360*WW0/2),
      KB.=SK*LAM1/(HB*COS(WW0/2*2*PHI/360)),

```

```

480** KG:=KG*180/PI.,
    OUTPUT(61,*(#/,#(#ERGEBNISSE DER FOURIERANALYSE #)##)##),
    OUTPUT(61,*(#/,#(#GITTERKONSTANTE GK= #)##,ZD.6DB#)##,GK),
    OUTPUT(61,*(#/,#(#KRISTALLITGROESSE KG = #)##,Z4D.2DB#)##,KG),
    OUTPUT(61,*(#/,#(#HALBWERTSBRFITE HR = #)##,ZD.4DB#)##,HB),
    OUTPUT(61,*(#/,#(#INTENSITAET D = #)##,Z3D.4DB#)##,D),
    OUTPUT(61,*(#/,#(#BEUGUNGSWINKEL wwd = #)##,Z3D.4DB#)##,wwd),
    #FOR# K.=1#STEP# 1 #UNTIL# V+1 #DO#
    XX(/K/).=K-1.,
    ZEILE.=30.,
490** SPALTE.=V.,
    OUTPUT (61,*(##)##),
    OUTPUT(61,*(##(#FOURIERKOEFFIZIENTEN LL #)##,/##)##),
    GRAPH(SPALTE, ZEILE,XX,LL,0,0),
    OUTPUT(61,*(##(#FOURIERKOEFFIZIENTEN KK #)##,/##)##),
    GRAPH(SPALTE, ZEILE,XX,KK,0,0),
    #BEGIN# #FOR# M .:= 0 #STEP# 1 #UNTIL# 20 #DO#
    #IF# LL(/M/) #GREATER# 0#THEN#
    LL(/M/) .:= LN(LL(/M/)),
    #END#,
500** #FOR# M .:= 0 #STEP# 1 #UNTIL# 20 #DO#
    OUTPUT (61,*(#Z3D.3D,/##)##,LL(/M/)),
    MZ.,
    U.=U.,
    #END#,
    #END#,
    #END#,
    #EOP#
    FINIS

```


Lebenslauf

- 22.7.1940: geboren in Nürnberg als Sohn des Oberstudien-
direktors Friedrich Lindner und seiner Ehe-
frau Margarete, geb. Hammerschmidt
- 1946 - 1950: Volksschule in Nürnberg
- 1950 - 1959: Besuch der Oberrealschule an der Wölckernstraße
(jetziges Martin-Behaim-Gymnasium)
- Juni 1959: Reifeprüfung
- Nov. 1959: Immatrikulation an der Universität Erlangen-
Nürnberg in den Fächern Physik und Mathematik
- Nov. 1960: Fortsetzung des Studiums an der Universität
Würzburg
- Nov. 1961: Rückkehr an die Universität Erlangen-Nürnberg
- Juli 1962: Vordiplomprüfung für Physiker
- Okt. 1962: Vorprüfung zur wiss. Prüfung in Mathematik
und Physik für das Höhere Lehramt
- 1963 - 1966: Fortsetzung des Studiums an der Freien Uni-
versität Berlin sowie an der Universität
Erlangen-Nürnberg und Anfertigen der Diplom-
arbeit am Physikalischen Institut der Univer-
sität Erlangen-Nürnberg bei Herrn Prof. Dr.
R. Fleischmann
- Dez. 1966: Diplom-Physiker-Hauptexamen in Erlangen
- Mai 1967: Beginn der Arbeiten zu der vorliegenden Dis-
sertation am Institut für Physikalische Che-
mie II unter Leitung von Herrn Prof. Dr.
G. Wedler
- ab Juni 1967: Verwalter einer wiss. Assistentenstelle

